



Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant/végétal.

Vincent Nozahic

► To cite this version:

Vincent Nozahic. Vers une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques basée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant/végétal.. Matériaux. Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2012. Français. <tel-00809816>

HAL Id: tel-00809816

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00809816>

Submitted on 9 Apr 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITE BLAISE PASCAL – CLERMONT II

ECOLE DOCTORALE
SCIENCES POUR L'INGENIEUR DE CLERMONT FERRAND

THESE
présentée par :
VINCENT NOZAHIC

Pour obtenir le grade de :
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE BLAISE PASCAL
Spécialité : Génie Civil

VERS UNE NOUVELLE DEMARCHE DE CONCEPTION DES BETONS
DE VEGETAUX LIGNOCELLULOSIQUES BASEE SUR LA
COMPREHENSION ET L'AMELIORATION DE L'INTERFACE
LIANT/VEGETAL

APPLICATION A DES GRANULATS DE CHENEVOTTE ET DE TIGE DE
TOURNESOL ASSOCIES A UN LIANT PONCE/CHAUX.

Soutenue publiquement le 19 Septembre 2012 devant le jury :

M. LAURENT ARNAUD	Rapporteur	ENTPE
M. GILLES ESCADEILLAS	Rapporteur	Université Toulouse III
M. CHRISTOPHE LANOS	Examineur	Université Rennes I
M. ALEXIS BEAKOU	Examineur	Université Blaise Pascal
M. VINCENT PICANDET	Examineur	Université Bretagne Sud
M. SOFIANE AMZIANE	Directeur de thèse	Université Blaise Pascal

A Marine, qui aura fait de ma dernière
année de thèse un petit bonheur.

« Puisqu'on ne peut être universel en sachant tout ce qui se peut savoir sur
tout, il faut savoir peu de tout, car il est bien plus beau de savoir
quelque chose de tout que de savoir tout d'une chose. »

Blaise PASCAL - Pensées

REMERCIEMENTS

Si la réalisation d'une thèse s'apparente à un effort solitaire, nul doute que sans les nombreuses rencontres qu'elle nécessite elle resterait une coquille vide.

J'exprime en premier lieu mes remerciements à celui qui s'est défini comme mon « coach » tout au long de ce périple, le Pr. Sofiane Amziane. Sa nature positive et ses conseils avisés m'ont permis d'aller de l'avant et de découvrir les nombreux aspects de la vie de chercheur. Le caractère amical de nos relations a contribué à rendre nos discussions ouvertes et les trois années passées à travailler ensemble des plus agréables.

Je tiens ensuite à exprimer ma gratitude aux membres du jury qui ont accepté d'examiner et d'évaluer mon travail de thèse. Merci tout d'abord au Pr. Alexis Beakou pour avoir accepté la tâche délicate de présider un jury de spécialistes. Merci aussi au Pr. Gilles Escadeillas et à Laurent Arnaud d'avoir pris le temps de rapporter mon travail lors de la période estivale, dont on sait qu'elle ne s'y prête pas toujours. Merci aussi au Pr. Christophe Lanos et à Vincent Picandet pour avoir bien voulu être examinateurs de cette thèse. J'ajouterai que j'ai apprécié et beaucoup appris du travail collaboratif effectué avec une partie des membres du jury lors des rencontres scientifiques de l'association Construire en Chanvre et du comité technique RILEM Bio-Based Building Materials.

J'ai eu l'occasion au cours de ma thèse de visiter bon nombre de laboratoires rattachés à l'Université Blaise Pascal. Je tiens ainsi à remercier le Laboratoire Magma et Volcan (LMV) pour m'avoir ouvert ses portes aussi souvent que j'en avais besoin. Je pense en particulier à Gérard Torrent qui a permis d'orienter les choix vers un liant pouzzolanique dès le début de la thèse, suite au projet étudiant réalisé par Kamel Saïdi. Je garde un excellent souvenir des nombreuses discussions que nous avons pu avoir autour de la thèse ou de tout autre sujet. A bientôt en Margeride. Je pense aussi à Charley Merciecca qui lui aussi a été une oreille attentive et un interlocuteur des plus agréables. Merci enfin à tout ceux qui m'ont consacré du temps ou aidé dans mes expérimentations: Jean-Claude, Nicolas, Jean-Luc, Franck, Bertrand, Jean-Marc, Pierre-Jean... Ma dernière pensée est destinée au groupe d'étudiants du Master Géologie de l'aménagement qui ont travaillé sur les bétons de tournesol au début de ma thèse : Olivier, Sébastien, Lilian et Florent.

Au sein du laboratoire de l'Institut Pascal, de nombreuses personnes m'ont également donné un coup de pouce et participé, de près ou de loin à mon travail. En premier lieu, je tiens à remercier Morgan Chabannes que j'ai eu l'occasion d'encadrer pendant 6 mois de stage. Cette période de travail fut très agréable. Je pense ensuite à Hélène de Baysnast, avec qui les échanges autour des matériaux de construction à base de tournesol auront été fournis. Plus récemment, Fabrice Audonnet et Christophe Vial

m'ont aussi permis d'avancer et d'échanger autour de l'analyse des interfaces liant/végétal. De même, Karine Charlet m'a grandement facilité la tâche en m'initiant au MEB environnemental. Enfin, une thèse dans le département Génie Civil de Polytech'clermont ne peut s'effectuer sans une équipe de technicien qui ont apporté eux aussi leur pierre à l'édifice: Jérôme, Guillaume, Philippe, Julien, Joao, Dimitri...

D'autres rencontres m'ont également permis d'avancer. Celle avec Agnès Piquet de l'école VetAgroSup aura été de celles-ci. Le projet étudiant encadré conjointement autour de la sélection des sous-produits végétaux a ainsi été une expérience enrichissante et a permis de mettre en lumière les qualités du tournesol. Merci aux étudiants : Bruno, Gwendoline, Florian, Cyril. Je remercie ensuite Christine Taviot-Guého et Fabrice Leroux du Laboratoire des Matériaux Inorganiques (LMI) pour m'avoir donné l'accès au matériel de leur laboratoire, pour le temps qu'ils m'ont consacré, mais aussi pour leurs conseils avisés.

Notons que la thèse génère également son lot de belles rencontres informelles. Mes remerciements vont d'emblée à ceux qui ont partagé mes journées au laboratoire et se sont avérés être bien plus que des collègues. Dans le désordre, je pense à Seb, celui qui a apporté un peu de testostérone et pas mal de grands débats chez les thésards de Polytech. Débats passionnés bien orientés par Maxime A., dont l'érudition a profité à tous. Dans le même temps, de fortes doses de bonne humeur auront été apportées dans le bureau de thèse par Maxime S. et Jinane. Pour la mauvaise foi et le sarcasme à la Chilienne, je retiendrai les très bons moments passés avec Daniel et Sebastian. Les sourires du centre de l'Europe délivrés par Patricia et Jelena auront également été d'une aide précieuse. Pour autant, je n'oublie pas Hassen, Esteban, Mathias, Quoc-Ahn, Omar, Nicolas... Un grand merci pour les bons moments partagés tout au long de ces années charnières de ma vie!

En dernier lieu, je tiens à exprimer ma reconnaissance et mon affection à mes amis et ma famille pour leur soutien, leur présence tout au long de mon périple de thésard.

NOTATIONS SCIENTIFIQUES

Description des milieux poreux :

ρ_s : Masse volumique solide [kg.m⁻³]
 ρ_R : Masse volumique réelle [kg.m⁻³]
 ρ_{RO} : Masse volumique réelle sèche [kg.m⁻³]
 ρ_A : Masse volumique apparente/vrac [kg.m⁻³]
 ρ_{AO} : Masse volumique apparente/vrac sèche [kg.m⁻³]
 n_{FER} : Porosité fermée [m³.m⁻³]
 n_{TOT} : Porosité totale [m³.m⁻³]
 n_{OUV} : Porosité ouverte [m³.m⁻³]

Description des granulats et empilements de granulats végétaux:

ρ_{AO-G} : Masse volumique en vrac sèche de l'empilement granulaire [kg.m⁻³]
 ρ_{RO-P} : Masse volumique réelle sèche de la particule végétale [kg.m⁻³]
 n_{TOT-G} : Porosité totale de l'empilement granulaire [m³.m⁻³]
 n_{TOT-P} : Porosité totale de la particule végétale [m³.m⁻³]
 n_{IA-G} : Porosité intra-granulats par rapport au volume total du vrac [m³.m⁻³]
 n_{IE-G} : Porosité inter-granulats par rapport au volume total du vrac [m³.m⁻³]
 S_{SPE} : Surface spécifique [m².g⁻¹]
 Φ : Facteur de recouvrement
 G_T : Gonflement tangentiel [m.m⁻¹]
ASE : Coefficient de résistance au gonflement [%]

Description des pâtes de liant hydratées et solidifiées:

WR : capacité de rétention en eau [%]
 ρ_{REL} : Masse volumique réelle de la pâte fraîche [kg.m⁻³]
 ρ_{ROL} : Masse volumique réelle sèche de la pâte solidifiée [kg.m⁻³]
 n_{TOT-L} : Porosité totale du liant [m³.m⁻³]

Description des bétons de végétaux:

ρ_{AF-B} : Masse volumique apparente du béton à l'état frais
 ρ_{AO-B} : Masse volumique apparente du béton à l'état sec
 n_{TOT-B} : Porosité totale de l'agrobéton
 n_{IA-L} : Porosité Intra-liant par rapport au volume total du béton de végétal [m³.m⁻³]
 n_{IA-G} : Porosité Intra-granulats par rapport au volume total du béton de végétal [m³.m⁻³]
 n_{IE-G} : Porosité Inter-granulats par rapport au volume total du béton de végétal [m³.m⁻³]

Notations spécifiques à la formulation des bétons:

E_p : Eau de prémouillage

E_G : Eau de gâchage

EC : Ether de cellulose

L/G : Rapport massique Liant/Granulat

E/L : Rapport massique Eau/Liant

EC/ E_G : Rapport massique éther de cellulose / eau de gâchage

Transferts aqueux en milieux poreux :

θ : Angle de contact [°]

γ_{LG} : Tension superficielle liquide/gaz [N.m⁻¹]

γ_{SG} : Tension de surface solide/gaz [N.m⁻¹]

γ_{SL} : Tension de surface solide/liquide [N.m⁻¹]

$\dot{\gamma}$: Vitesse de cisaillement [s⁻¹]

μ : Viscosité dynamique [Pa.s]

h_L : Hauteur de remontée capillaire

P_C : Pression capillaire [N.m⁻²]

W : Teneur/Absorption en eau massique [kg.kg⁻¹]

W_0 : Adsorption initiale en eau massique [kg.kg⁻¹]

W_{SAT} : Teneur/Absorption en eau à saturation [kg.kg⁻¹]

C_A : Coefficient d'absorption en eau [kg.s^{-1/2}]

D : Coefficient de diffusion [m².s⁻¹]

Transferts thermiques dans les matériaux:

λ_T : Conductivité thermique [W.m⁻¹.K⁻¹]

$\lambda_{T\perp}$: Conductivité thermique dans la direction perpendiculaire au compactage [W.m⁻¹.K⁻¹]

$\lambda_{T//}$: Conductivité thermique dans la direction parallèle au compactage [W.m⁻¹.K⁻¹]

c_T : Capacité thermique massique [J.kg⁻¹.K⁻¹]

e_T : Effusivité thermique [J.K⁻¹.m².s^{-1/2}]

a_T : Diffusivité thermique [m².s⁻¹]

Propriétés mécaniques :

E : Module d'Young [MPa]

ϵ : Déformation [m.m⁻¹]

R_C : Contrainte de compression [MPa]

$R_{C1\%}$: Contrainte de compression à 1% de déformation [MPa]

$R_{C5\%}$: Contrainte de compression à 5% de déformation [MPa]

$R_{C\text{MAX}}$: Contrainte maximale en compression [MPa]

$R_{C\perp}$: Contrainte en compression dans la direction perp. au compactage du matériau

$R_{C//}$: Contrainte en compression dans la direction parallèle au compactage du matériau

Observation et caractérisation des interfaces :

IRA : Initial Rate of Absorption

MA : Matrice affectée [μm]

ZTI : Zone de Transition Interfaciale [μm]

τ_a : Contraintes de cisaillement ou d'adhésion interfaciales [Pa]

$\tau_{\text{PULL-OUT}}$: Contraintes de cisaillement mesurées lors d'un essai de pull-out [Pa]

RESUME

L'utilisation de ressources lignocellulosiques renouvelables connaît à l'heure actuelle un indéniable regain d'intérêt pour l'élaboration de matériaux de construction. Partant de ce constat, un premier axe de travail a vu l'élaboration de bétons de végétaux constitués de granulats de végétaux lignocellulosiques et d'un liant pouzzolanique. Les broyats de tige de chanvre et de tournesol ont ainsi été sélectionnés pour leurs similarités et leur disponibilité dans la région Auvergne. En parallèle, un liant pouzzolanique constitué de 80% en masse de sable de ponce volcanique provenant d'une carrière locale, de 20% de chaux aérienne et d'un activateur a été formulé. Les résultats obtenus montrent la similitude des caractéristiques des granulats de chanvre et de tournesol ainsi que des performances mécaniques et thermiques des bétons légers ($<500\text{kg.m}^{-3}$) constitués de ces végétaux. Les matériaux formulés satisfont aux critères fixés dans les règles professionnelles de la construction en chanvre.

Dans un deuxième axe de travail, l'analyse bibliographique réalisée a permis d'identifier la qualité d'interface entre les particules végétales et le liant minéral comme un des principaux verrous scientifiques concernant les bétons de végétaux. Les problèmes de prise à cœur de ces matériaux mériteraient en effet d'être reliés avec ceux observés à l'interface liant/bois. Deux voies d'amélioration sont ainsi explorées dans une approche multi-échelles mêlant analyses physico-chimiques et essais mécaniques: le traitement préalable des particules végétales et l'adjuvantation spécifique du liant.

La première stratégie a consisté à réaliser sur les granulats végétaux deux types de modifications: un recouvrement à l'huile de lin et un traitement en solution aqueuse de Ca(OH)_2 . Afin d'analyser à court terme l'interaction entre les particules ainsi modifiées et le liant frais, un dispositif de mesure spécifique dit de la plaque immergée est utilisé. Les résultats montrent une amélioration de l'interphase liant/végétal après le traitement des granulats en solution de Ca(OH)_2 . De façon surprenante, les performances mécaniques des bétons de végétaux chutent lorsque les granulats sont préalablement traités. Cette approche, en plus d'être contraignante d'un point de vue industriel, ne résout donc pas de façon satisfaisante les problèmes d'interfaces liant/bois.

La seconde stratégie mise en place a nécessité l'intégration dans le liant d'un adjuvant rétenteur d'eau de type éther de cellulose dans des proportions variant de 0,5 à 1,5% par rapport à la masse des poudres. Les observations d'échantillons réalisées au MEB et couplées à une analyse EDX soulignent l'aptitude de l'éther de cellulose utilisé à améliorer les interfaces liant/bois. Une explication de l'action de ces molécules polymères sur les interfaces, basée sur la bibliographie et l'analyse du liant, est proposée. Cette approche a permis l'élaboration de bétons de végétaux immédiatement démoulables, à la compactabilité et la cohésion accrue et dont les propriétés mécaniques sont améliorées par rapport aux solutions en usage. Notons que cette amélioration n'est pas effectuée au détriment des propriétés thermiques. L'utilisation dans les bétons de végétaux d'un rétenteur d'eau ouvre dès lors des perspectives de développement : blocs préfabriqués, enduits légers, murs de béton projeté...

ABSTRACT

The use of renewable lignocellulosic resources experiences an undeniable resurgence of interest for building materials development. Based on this observation, a first line of work has seen the development of plant-based concretes constituted of lignocellulosic aggregates and a pozzolanic binder. Hemp and sunflower stem aggregates were then selected for their similarities and availability in the Auvergne region. In parallel, pozzolanic binder consisting of 80% by mass of volcanic pumice sand from a local quarry, 20% lime and an activator has been formulated. The results show the similarity of hemp and sunflower aggregates characteristics as well as mechanical and thermal properties of lightweight concretes ($<500\text{kg.m}^{-3}$) made of these plants. Formulated materials meet the criteria appointed in French professional rules of construction in hemp.

In a second line of work, the literature review driven enabled to identify interface between the plant particles and the inorganic binder as one of the major scientific issues concerning concrete plants. Heart hardening problems of these materials indeed deserve to be linked with those observed at the interface binder/wood. Two ways of improvement are explored in a multi-scale approach combining physico-chemical analysis and mechanical testing: pre-treatment of vegetable particles and specific adjuvantation of the binder.

The first strategy was to make on the plant aggregates two types of changes: a linseed oil recovery and a treatment in an aqueous solution of Ca(OH)_2 . In order to analyse the short-term interaction between the modified particles and the binder, a specific measurement device based on an immersed plate is used. The results show an improvement of the binder/plant interphase after aggregates treatment in Ca(OH)_2 solution. Surprisingly, the plant concretes mechanical performances fall when plants are pre-treated. This approach is finally restrictive for an industrial point of view and does not solve satisfactorily binder/wood interface problem.

The second implemented strategy required the adding in the binder of a water-retaining agent (cellulose ether) in amounts ranging from 0.5 to 1.5% based on the weight of the powders. Observations of samples performed on a SEM microscope and coupled with an EDX analysis underline the ability of the cellulose ether (CE) to improve binder/wood interfaces. An explanation of the action of CE molecules on polymer interfaces based on the literature and analysis of the binder is proposed. This approach has allowed the development of plant concretes immediately demouldable. Designed concretes also show higher compactability and cohesiveness as well as improved mechanical properties compared to the solutions in use. It should be noticed that this improvement is not made at the expense of thermal properties. CE used in plant concretes offer development opportunities: prefabricated blocks, lightweight coatings...

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	19
PARTIE I : ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE	23
CHAPITRE I: DE L'INTERET DES AGROBETONS	25
I. CONTEXTE ENVIRONNEMENTAL, ECONOMIQUE ET SOCIAL DES AGROBETONS	26
I.1. DEVELOPPEMENT DURABLE, CONSTRUCTION ET MATERIAUX	26
I.2. LE CAS SPECIFIQUE DES BETONS DE PARTICULES LIGNOCELLULOSIQUES	34
II. COMPORTEMENT DES BETONS DE PARTICULES LIGNOCELLULOSIQUES	43
II.1. LE BETON DE CHANVRE ET CHAUX COMME PRECURSEUR	43
II.2. POROSITES DU BETON DE CHANVRE	46
II.3. PROPRIETES HYGROTHERMIQUES	54
II.4. PROPRIETES MECANIQUES	60
CHAPITRE II: DIAGNOSTIQUER ET COMPRENDRE L'INTERFACE LIANT/BOIS	67
I. LES PROCESSUS D'ADHESION	68
I.1. QU'EST-CE QUE L'ADHESION ?	68
I.2. LES LIAISONS PHYSIQUES D'ATTRACTION	70
I.3. LE MOUILLAGE DE SURFACES POREUSES ET HETEROGENES	71
I.4. LES PHENOMENES DE TRANSFERT EN MILIEU POREUX	74
I.5. ANALOGIE AVEC L'ADHESION DES MORTIERS SUR UN SUPPORT POREUX	76
I.6. BILAN SUR LES PROCESSUS D'ADHESION LIANT/BOIS	78
II. PROBLEMES OBSERVES SUR LE COUPLE LIANT MINERAL/PARTICULE LIGNOCELLULOSIQUE	79
II.1. PROBLEMES DE PRISE DU LIANT EN CONTACT AVEC LE VEGETAL	79
II.2. DIAGNOSTIC A LONG TERME : LA ZONE DE TRANSITION INTERFACIALE	82
II.3. BILAN SUR LES PROBLEMES GENERES PAR L'ASSOCIATION LIANT MINERAL/BOIS	87
III. COMMENT AMELIORER L'INTERFACE LIANT/VEGETAL ?	88
III.1. PREPARER OU MODIFIER LES PARTICULES VEGETALES ?	88
III.2. ADJUVANTER SPECIFIQUEMENT LE LIANT ?	94
SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	101

PARTIE 2 : SELECTION, TRANSFORMATION ET CARACTERISATION DES
MATIERES PREMIERES **105**

CHAPITRE III: METHODES DE CARACTERISATION **107**

I. METHODES DE CARACTERISATION DES MATIERES PREMIERES MINERALES ET DU LIANT	108
I.1. MATIERES PREMIERES MINERALES	108
I.2. PATE FRAICHE	111
I.3. LIANT DURCI	115
II. METHODES DE CARACTERISATION DES GRANULATS VEGETAUX	120
II.1. CONDITIONS DE STOCKAGE	120
II.2. MASSES VOLUMIQUES ET POROSITES	122
II.3. CARACTERISATION MORPHOLOGIQUE	123
II.4. CARACTERISATION DE SURFACE	126
II.5. COMPORTEMENT HYGROSCOPIQUE EN IMMERSION	127
II.6. PROPRIETES THERMIQUES	129
III. METHODES D'ELABORATION ET DE CARACTERISATION DES AGROBETONS	130
III.1. PREPARATION DES EPROUVETTES	130
III.2. TEST DES EPROUVETTES	132
IV. TABLEAU RECAPITULATIF	136

CHAPITRE IV: CARACTERISATION EXPERIMENTALE DES MATIERES
PREMIERES **137**

I. LES MATIERES PREMIERES DU LIANT	138
I.1. LA PONCE DU CHEIX	138
I.2. LA CHAUX AERIENNE CL90	141
I.3. LES ADJUVANTS	142
II. LES GRANULATS VEGETAUX	143
II.1. GRANULATS SELECTIONNES	143
II.2. CARACTERISTIQUES COMPAREES	147
II.3. SYNTHESE DES CARACTERISTIQUES DES GRANULATS	168
III. BILAN DU CHAPITRE IV	169

PARTIE 3 : COMPREHENSION ET AMELIORATION DE L'INTERFACE LIANT/PARTICULE	171
--	------------

CHAPITRE V: ELABORATION D'UN LIANT POZZOLANIQUE BIO-SOURCE	173
---	------------

I. UNE ALTERNATIVE A LA CHAUX ET AU CIMENT: LES LIANTS POZZOLANQUES	174
I.1. LES POZZOLANES	174
I.2. LA REACTION POZZOLANIQUE	175
I.3. LE SYSTEME $Al_2O_3-SiO_2-CAO-H_2O$ A TEMPERATURE AMBIANTE	176
I.4. DISCUSSION	177
II. INFLUENCE DE LA QUANTITE DE CHAUX	178
II.1. ELEMENTS DE BIBLIOGRAPHIE	178
II.2. VALIDATION EXPERIMENTALE	179
II.3. QUELLE QUANTITE DE CHAUX UTILISER ?	181
III. ACTIVATION DE LA REACTION POZZOLANIQUE	182
IV. BILAN DU CHAPITRE V	188

CHAPITRE VI: EFFET DE PRETRAITEMENTS DES GRANULATS SUR L'INTERFACE ET LES PROPRIETES DES AGROBETONS	189
--	------------

I. EFFET DES TRAITEMENTS ET REVETEMENTS SUR LES PROPRIETES DES GRANULATS	190
I.1. DESCRIPTION DES TRAITEMENTS	190
I.2. OBSERVATION DES GRANULATS TRAITES	193
I.3. INFLUENCE DES TRAITEMENTS SUR LES PROPRIETES HYGROPHILES	201
II. EFFET DES TRAITEMENTS SUR L'ADHESION LIANT/PARTICULE VEGETALE	208
II.1. METHODE DE LA PLAQUE IMMERGEE	208
II.2. MESURE DE L'ADHESION INTERFACIALE	212
II.3. TABLEAU RECAPITULATIF ET DISCUSSION	216
III. EFFET DES TRAITEMENTS SUR L'INTERFACE LIANT/PARTICULE VEGETALE	217
III.1. PREPARATION DES EPROUVETTES	217
III.2. OBSERVATION ET ANALYSE DE L'INTERPHASE	218
III.3. ANALYSE DES PRODUITS DE LA MATRICE AFFECTEE	225
III.4. TABLEAU RECAPITULATIF ET DISCUSSION	227
IV. CARACTERISTIQUES MULTI-PHYSIQUES D'AGROBETONS DE PARTICULES TRAITEES	228
IV.1. FORMULATION ET SECHAGE DES EPROUVETTES	228
IV.2. PROPRIETES THERMIQUES	232
IV.3. PROPRIETES MECANIQUES	237
V. BILAN DU CHAPITRE VI	243

CHAPITRE VII: EFFETS DE L'ADJUVANTATION DU LIANT SUR L'INTERFACE ET LES PROPRIETES DES AGROBETONS	245
I. ADJUVANTATION SPECIFIQUE DU LIANT	246
I.1. MELANGES ELABORES	246
I.2. PROPRIETES DES PATES DE LIANT FRAICHES	247
I.3. PROPRIETES DES PATES DE LIANT DURCIES	248
I.4. TABLEAU RECAPITULATIF ET DISCUSSION	250
II. EFFET DE L'ADJUVANTATION SUR L'INTERACTION LIANT/PARTICULE VEGETALE	251
II.1. INTERACTION ENTRE UNE PLAQUETTE VEGETALE ET LE LIQUIDE INTERSTITIEL ADJUVANTE	251
II.2. ANALYSE DE L'INTERPHASE APRES 60 JOURS	252
II.3. TABLEAU RECAPITULATIF ET DISCUSSION	256
III. CARACTERISTIQUES MULTI-PHYSIQUES D'AGROBETONS UTILISANT UN LIANT ADJUVANTE	257
III.1. FABRICATION DES EPROUVETTES DE BETON	257
III.2. PROPRIETES THERMIQUES	263
III.3. PROPRIETES MECANIQUES	266
IV. BILAN DU CHAPITRE VII	276
CONCLUSION GENERALE	279
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	289

ANNEXES	I
ANNEXE A. FICHES TECHNIQUES DES PRODUITS	III
A.1. CHAUX AERIENNE CL90	III
A.2. ACTIVEURS DE PRISE	IV
A.3. ETHER DE CELLULOSE MHS 15000 P6	VI
A.4. HUILE DE LIN CUITE	XIII
ANNEXE B. METHODES DE CARACTERISATION	XIV
B.1. ESTIMATION DES POROSITES DES AGROBETONS	XIV
B.2. PREPARATION DES SOLUTIONS POUR LA MESURE DU POTENTIEL ZETA	XVI
B.3. PROTOCOLE DE TRAITEMENT D'IMAGES POUR L'ANALYSE GRANULOMETRIQUE	XVIII
B.4. RECAPITULATIF DES PICS CARACTERISTIQUES EN DIFFRACTION DES RAYONS X	XIX
B.5. RECAPITULATIF DES PICS ET BANDES CARACTERISTIQUES EN IRTF	XX
B.6. RECAPITULATIF DES PICS CARACTERISTIQUES EN ATG	XXI

INTRODUCTION GENERALE

L'utilisation de ressources lignocellulosiques renouvelables, issues de l'agriculture ou de l'agroforesterie, pour l'élaboration de matériaux de construction connaît un indéniable regain d'intérêt depuis la fin du XX^{ème} siècle. Le développement de ces produits et des techniques associées s'inscrit dans un contexte d'interrogation sur l'empreinte écologique des bâtiments et sur l'épuisement progressif des ressources minérales et fossiles. Les cadres normatif et réglementaire du secteur du bâtiment leurs sont toutefois défavorables en considérant presque uniquement la conductivité thermique des matériaux, en imposant une étanchéité à l'air des bâtiments (RT 2012) mais aussi en compliquant leur installation sur le marché par le système des avis techniques. Ces agrobétons, dont le béton de chanvre est un précurseur, possèdent pourtant des qualités intrinsèques (faible conductivité thermique, bonne inertie et perméabilité à la vapeur d'eau) qui mériteraient une plus large valorisation aussi bien en construction neuve qu'en rénovation. Au moment où des interrogations émergent quant à la qualité de l'air à l'intérieur des bâtiments, les agrobétons s'inscrivent comme une alternative aux solutions émergentes de type BBC ou Passivhaus, basées sur une forte isolation et une imperméabilité de l'enveloppe du bâtiment à l'air. Si l'on ajoute à cela un préjugé favorable à ces matériaux, on peut leur prêter un bel avenir dans un secteur qui leur ouvre progressivement les portes.

Depuis plus d'une décennie, des équipes de recherches françaises et internationales se structurent afin d'apporter des connaissances sur le fonctionnement et les performances des agrobétons qui permettent de convaincre les acteurs du bâtiment de leur intérêt. Une des principales cibles de recherche concerne l'amélioration des propriétés mécaniques de ces matériaux dont la rigidité est très faible et la résistance en compression reste souvent inférieure à 0,5MPa.

Cette thèse, financée en grande partie par la région Auvergne, s'inscrit parfaitement dans ce contexte. Elle s'articule autour de deux axes de recherche:

- ✂ **Axe 1 :** Elaboration d'agrobétons constitués de sous-produits agricoles et d'un liant pouzzolanique issu des ressources volcaniques locales répondant aux critères de la construction en béton de chanvre;
- ✂ **Axe 2 :** Observation, analyse et amélioration de l'interface formée entre un liant minéral et une particule lignocellulosique poreuse et hydrophile.

Le travail réalisé est retranscrit dans ce document en trois grandes parties, elles-mêmes découpées en sept chapitres :

- ✂ **Partie I :** Analyse bibliographique
- ✂ **Partie II :** Sélection, transformation et caractérisation des matières premières
- ✂ **Partie III :** Compréhension et amélioration de l'interface liant/particule



La **Partie I**, qui effectue la synthèse bibliographique préliminaire au travail, est constituée de deux chapitres. Le **Chapitre I**, fortement relié à l'**axe 1**, synthétise le contexte réglementaire, économique et social dans lequel s'inscrivent des matériaux nouveaux tels que les agrobétons. Il s'intéresse ensuite à la description des propriétés multi-physiques des bétons de chanvre et chaux, matériau qui constitue la base de l'étude. Après avoir conclut sur le problème d'interfaces généralisé que représentent les agrobétons, le **Chapitre II** se concentre sur l'explication du processus d'adhésion entre une particule végétale poreuse et un liant minéral. Une présentation des problèmes couramment observés à l'interface liant/végétal est ensuite effectuée avant de présenter les solutions ayant été employées par différents auteurs pour les résoudre. Ce chapitre bibliographique est clairement relié au **2^{ème} axe de recherche**.

§ § §

La **Partie II** du manuscrit est dédiée dans un premier temps (**Chapitre III**) à la description des techniques et méthodes expérimentales utilisées au cours de la thèse. Par la suite, les matières premières végétales et minérales sélectionnées pour la partie expérimentale font l'objet d'une description détaillée (**Chapitre IV**). Un intérêt particulier est apporté à la comparaison des granulats végétaux lignocellulosiques choisis : la chènevotte et le broyat de tige de tournesol.

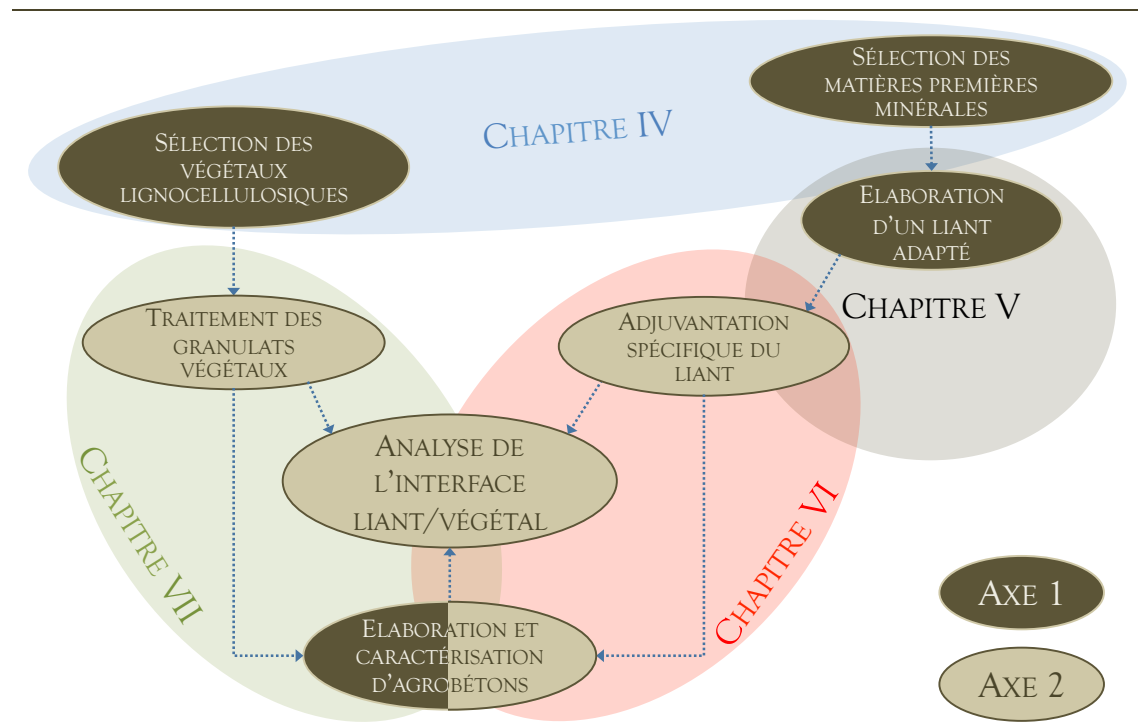


Figure I. 1. Organigramme général du travail de thèse exposé dans ce document.

La **Partie III** du document relate le travail expérimental qui a pu être réalisé pendant les trois années de thèse. Un premier chapitre (**Chapitre V**) assez court est dédié à l'élaboration d'un liant pouzzolanique constitué d'un sable de ponce, sous produit d'une carrière du Puy de Dôme, et de chaux aérienne. Ce travail expérimental est rapporté ici avec de multiples liens vers la bibliographie, qui a fortement orienté les choix. Le chapitre qui suit (**Chapitre VI**) est consacré à l'influence de traitements réalisés sur les granulats lignocellulosiques sélectionnés sur les granulats eux-mêmes, l'adhésion et l'interface liant/granat et enfin les propriétés des agrobétons élaborés avec ces granulats. Une attention particulière est portée à la compréhension des échanges entre le granulat et le liant. Dans un dernier point (**Chapitre VII**), l'effet d'un adjuvant rétenteur d'eau (éther de cellulose) en ajout dans le liant est testé. Tout d'abord, son action sur les propriétés de la pâte et du liquide interstitiel est analysée. L'effet de cette modification du liant sur l'interface liant/granat puis les propriétés macroscopiques des agrobétons élaborés sont ensuite étudiés expérimentalement.

PARTIE I : ANALYSE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : DE L'INTERET DES AGROBETONS

CHAPITRE II : DIAGNOSTIQUER ET COMPRENDRE
L'INTERFACE LIANT/BOIS

CHAPITRE I: DE L'INTERET DES AGROBETONS

L'utilisation de ressources renouvelables issues de l'agriculture et de l'agroforesterie pour l'élaboration de matériaux de construction tels que les agrobétons connaît un indéniable regain d'intérêt depuis la fin du XXème siècle. Ce Chapitre se veut une présentation des problématiques et du contexte réglementaire auxquels doivent se confronter les concepteurs et utilisateurs de ces matériaux. Un récapitulatif des principales ressources étudiées jusqu'ici est également effectué et les caractéristiques principales de ces ressources définies. Dans un dernier point, les solutions apportées par les bétons de chanvre, précurseurs des agrobétons modernes, en terme de performances sont également abordées par une analyse des travaux antérieurs.

I. CONTEXTE ENVIRONNEMENTAL, ECONOMIQUE ET SOCIAL DES AGROBETONS

I.1. DEVELOPPEMENT DURABLE, CONSTRUCTION ET MATERIAUX

I.1.1. Préambule

Après des décennies d'une consommation vertueuse et sans borne, il aura fallu se rendre à l'évidence : les activités humaines ne sont pas sans impacts sur l'environnement et les hommes eux-mêmes. Ce n'est qu'en 1987, lors de la commission Bruntland [BRU 87], que cette observation donne naissance à un concept nouveau, celui de développement durable. Le texte qui s'en suit, *Notre futur commun*, définit ce terme comme suit :

« *Le développement durable est un mode de développement qui répond aux besoins des générations du présent sans compromettre la capacité des générations futures à répondre aux leurs.* » [BRU 87]

Dès lors, ce concept a inondé les sociétés modernes jusqu'à devenir un enjeu politique, économique, voire de survie de notre espèce... Toutes les activités humaines – industrie, bâtiment, agriculture, énergies, transports... - doivent désormais faire face à des problématiques dites de développement durable. Le rapport dévoilé par le Programme des Nations Unies pour l'Environnement [PNU 09] constitue une synthèse de l'évolution de nos sociétés depuis la commission Bruntland. La citation suivante, tirée de ce texte, souligne l'ampleur du défi:

« *Aucun des problèmes majeurs soulevés dans « Notre futur commun » ne connaît de prévisions d'évolution favorables.* » [PNU 09]

I.1.2. Impacts environnementaux du secteur du bâtiment

Avant toute chose, il faut rappeler que le concept de développement durable traité de manière locale est souvent relié avec des problématiques à l'échelle du globe comme le réchauffement climatique ou l'épuisement progressif des ressources. Ces deux critères constituent les points de non retour de notre civilisation.

En ce qui concerne le climat, les travaux scientifiques du GIEC¹ font figure de référence. Le second rapport publié par cet organisme en 1995 [GIE 95] conclut que « l'étude des preuves suggère une influence détectable de l'activité humaine sur le climat planétaire ». Seulement deux ans plus tard, sur la base de ce rapport et de la Convention

¹ GIEC : Groupement d'experts Intergouvernemental sur l'Evolution du Climat

cadre des nations unies sur le réchauffement climatique [ONU 92], les débats politiques internationaux aboutissent au protocole de Kyoto [KYO 98]. Ce texte engage les pays le ratifiant sur des réductions de leurs émissions de GES² de 5,2% par rapport à leur niveau de 1990 sur la période 2008-2012. Le protocole est entré en vigueur en 2005 et s'achèvera donc en 2012. En raison de son utilisation des électricités nucléaire et hydraulique, peut émettrices de GES, la France est elle sommée de maintenir le niveau de ces émissions.

Pour sa part le secteur du bâtiment (**résidentiel et tertiaire**), au même titre que le secteur agricole ou industriel, doit faire face à d'importants enjeux en termes de réduction de GES et de consommation énergétique. Les chiffres parlent d'eux-mêmes mais doivent être analysés sérieusement. En effet, il est parfois difficile de savoir ce qui est réellement pris en compte dans les chiffres, notamment quand il s'agit de faire la distinction entre le fonctionnement du bâtiment et sa construction:

✂ **Emissions totales de GES d'origine énergétique et non énergétique (agriculture, foresterie):** 7,9% au niveau mondial [GIE 07], 18% au niveau français en 2007 [CGD 10] et 37% au niveau de l'Auvergne en 2005 [CRA 08] pour le fonctionnement du parc résidentiel/tertiaire institutionnel et commercial (chauffage, électricité spécifique, eau chaude, cuisson);

✂ **Consommation d'énergie électrique finale³** : 43,4% au niveau français en 2008 [RIL 06, CGD 09], 48% au niveau d'une région comme l'Auvergne en 2005 [CRA 08] pour le fonctionnement du parc résidentiel/tertiaire institutionnel et commercial. Ces chiffres n'incluent pas l'énergie fossile nécessaire à la production d'électricité.

Or les modifications climatiques, si elles constituent un point alarmant, ne sont pas les seules à intégrer. Les ressources naturelles nécessaires à la perpétuation des activités et sociétés humaines sont en grande partie épuisables. Au même titre que la menace d'un réchauffement climatique, l'épuisement des ressources, qu'il s'agisse de minerais ou de terres agricoles, est un point d'incertitude majeur qui nous conduira inévitablement à changer nos habitudes au cours de ce siècle [OEC 08]. Les activités liées au bâtiment et aux travaux publics, si elles ne requièrent pas forcément l'utilisation de matériaux dont les gisements s'épuisent (à l'exception des infrastructures routières consommatrices de bitume), constituent la plus grosse **consommation de ressources naturelles** (31% en Europe [SER 09]). Par ailleurs, cette consommation engendre une **production de déchets** importante, même si 97% de ceux du bâtiment et des travaux publics français sont inertes [IFE 08] et font l'objet d'une politique de valorisation. En France, la quantité de déchets générés par ce domaine correspondait à 343 millions de tonnes en 2004, soit 44% de la masse totale [PEU 08].

² GES : Gaz à Effet de Serre

³ L'énergie finale est une énergie directement utilisable, achetée et facturée au client, par exemple des litres d'essences à la pompe.

En résumé, le secteur du bâtiment doit faire face à quatre impacts principaux sur l'environnement:

- ✎ Ses émissions de GES ;
- ✎ Sa consommation d'énergie ;
- ✎ Sa consommation de ressources naturelles ;
- ✎ Sa production de déchets.

I.1.3. Normalisation et réglementation : vers une approche globale

I.1.3.a. Normalisation et réglementation en vigueur

Concernant la législation en charge de réguler ces impacts majeurs du secteur, elle est relativement récente. Le cadre réglementaire européen a été fixé en 2002 avec la parution de la Directive Européenne sur la Performance Energétique des Bâtiments (DEPEB). Au niveau français, les réglementations thermiques successives RT 2000, RT 2005 [FFB 07] font suite à ce document. Plus récemment, la loi Grenelle 1 du 3 août 2009 définit le plan Bâtiment Grenelle⁴ lancé en janvier 2009 (cf. Figure I. 2) :

« Le Plan Bâtiment Grenelle a pour mission de piloter la mise en œuvre et le déploiement des mesures du programme de réduction des consommations énergétiques et des émissions de gaz à effet de serre des bâtiments. » [GRE 09]

L'approche traite de la performance des bâtiments afin de satisfaire deux objectifs principaux :

- ✎ **Objectif Grenelle-38%** : diminuer de 38% d'ici à 2020 la consommation énergétique du parc résidentiel/tertiaire existant par rapport au niveau de 2008 ;
- ✎ **Objectif facteur 4** : diminuer par un facteur 4 d'ici à 2050 les émissions de GES du parc résidentiel/tertiaire existant par rapport au niveau de 1990. Cet engagement a été pris en 2003 dans le cadre du Plan Climat National.

Les bases de la **nouvelle réglementation thermique RT 2012** qui entre actuellement en vigueur ont été posées par l'article 4 de la loi grenelle 1. Cette nouvelle réglementation, qui s'applique aux bâtiments neufs des secteurs résidentiel et tertiaire, comporte trois grands objectifs :

- ✎ Un objectif chiffré (coefficient C_{MAX}) de consommation énergétique inférieure 50 kWh/m²/an, plusieurs critères modulant ce chiffre comme la localisation géographique (cf. Figure I. 2). Cela correspond en terme de chauffage à une moyenne de 15 kWh/m²/an. En terme de contrôles, l'accent est mis sur la mesure de l'étanchéité à l'air du bâtiment, sur le suivi des consommations;

⁴ www.plan-batiment.legrenelle-environnement.fr (02/09/10)

✎ Une évolution technologique et industrielle significative dans la conception et la réalisation des bâtiments, pour chacune des filières énergétiques (régulateurs de chauffage, systèmes d'éclairage ou de chauffage de l'eau...). En revanche, la climatisation est à éviter, la conception du bâtiment devant prendre en compte le confort d'été (coefficient T_{IC});

✎ Une offre énergétique équilibrée, faiblement émettrice de gaz à effet de serre et contribuant à l'indépendance énergétique nationale (incitation à la utilisation des énergies renouvelables).

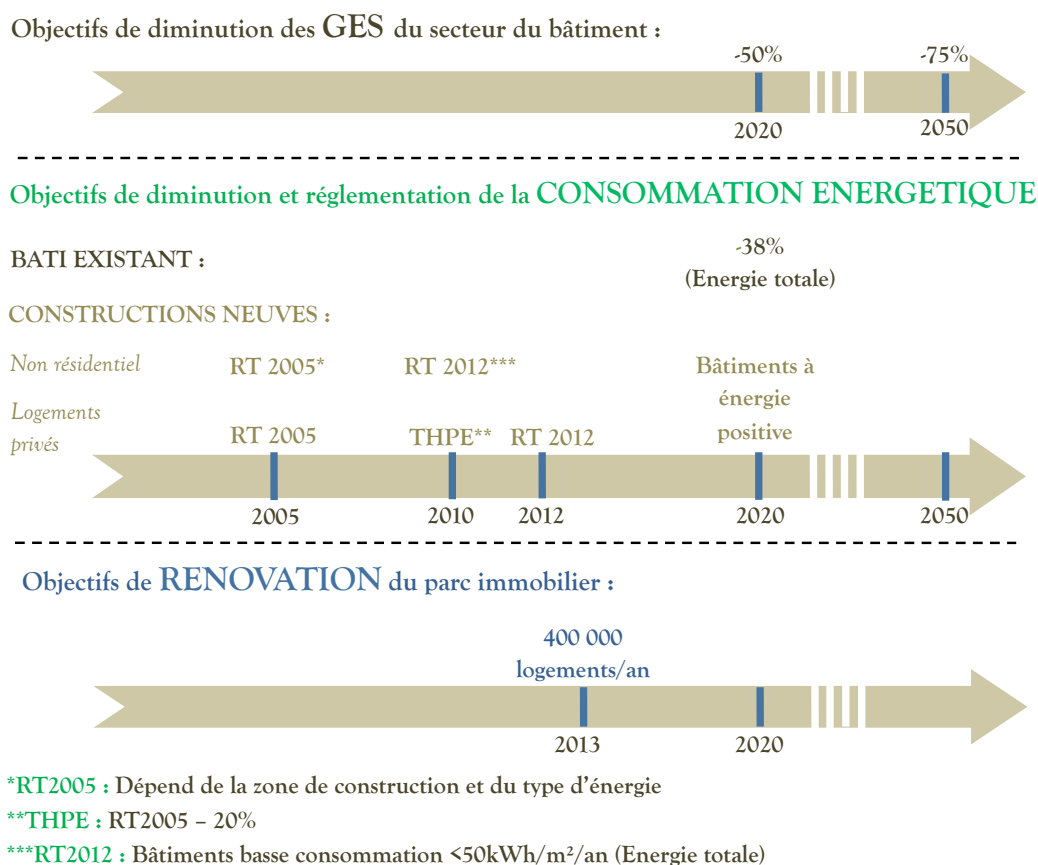


Figure I. 2. Plan bâtiment du grenelle de l'environnement concernant les consommations énergétiques et les diminutions d'émissions de gaz à effet de serre du secteur du bâtiment

Ces nouvelles réglementations thermiques ont pour ambitions premières sont une réduction des émissions de GES du secteur du bâtiment mais aussi de la facture énergétique de ce secteur du point de vue socio-économique et de l'épuisement des ressources fossiles. Avec la RT 2012, une **conception globale du fonctionnement du bâtiment**, incluant aussi bien les consommations en chauffage qu'en climatisation ou éclairage est préconisée. Il s'agit là d'une première avancée vers une conception « du berceau à la tombe » tirée de la démarche proposée par les Analyses de Cycle de Vie (ACV). La parution entre 2010 et 2012 des normes européennes NF EN 15643 [AFN 10] va d'ailleurs dans ce sens en proposant un système d'évaluation de la contribution des

bâtiments au développement durable, basée sur une approche ACV. Des outils de conception et diagnostic sont développés dans la même dynamique par le CSTB (Team, Cocon ou Elodie).

Notons en complément que dans le cadre du plan habitat du grenelle, le programme de recherche PREBAT⁵ a mené une étude très complète qui permet d'avoir une vision globale des initiatives internationales pour la réduction des consommations du bâtiment [PRE 07].

I.1.3.b. Limites du cadre normatif et réglementaire

Comme nous l'avons vu précédemment concernant les législations européenne et française, le problème des impacts écologiques du bâtiment est pour le moment centré sur sa période de fonctionnement, **les impacts des matériaux ou encore des déchets (de chantier, de démolition) n'étant pas intégrés**. Des démarches englobant plus de critères existent pourtant, mais sur la base du volontariat.

Tableau I. 1. Les 14 cibles de la démarche HQE [HQE 01] et l'importance des matériaux de construction dans cette démarche

Maitriser les impacts sur l'environnement extérieur	Créer un environnement intérieur satisfaisant
ECO-CONSTRUCTION	CONFORT
<div>1. Relation des bâtiments avec leur environnement immédiat</div> <div>2. Choix intégré des procédés et produits de construction</div> <div>3. Chantiers à faibles nuisances</div>	<div>8. Confort hygrothermique</div> <div>9. Confort acoustique</div> <div>10. Confort visuel</div> <div>11. Confort olfactif</div>
ECO-GESTION	SANTE
<div>4. Gestion de l'énergie</div> <div>5. Gestion de l'eau</div> <div>6. Gestion des déchets d'activité</div> <div>7. Gestion de l'entretien et de la maintenance</div>	<div>12. Qualité sanitaire des espaces</div> <div>13. Qualité sanitaire de l'air</div> <div>14. Qualité sanitaire de l'eau</div>

 Choix des matériaux de construction prépondérant

 Choix des matériaux de construction important

⁵ PREBAT : Programme de Recherche et d'Expérimentation sur l'énergie dans le BATiment, www.Prebat.net (03/09/10)

En France, plusieurs associations regroupant professionnels de la construction, institutions publiques ou conseils régionaux ont permis la naissance de labels certifiant de la qualité environnementale d'un bâtiment suivant une **démarche globale**. C'est le cas notamment de la démarche HQE⁶ (cf. Tableau I. 1) qui fait l'objet de trois applications: bâtiment tertiaire, maison individuelle et logement collectif ou groupé. D'autres certifications existent en France et proposent des démarches similaires, comme Habitat et Environnement⁷. Toutes sont basées sur une démarche descendante, c'est-à-dire du projet vers les matériaux [JUL 09]. La démarche HQE [HQE 01], plus complète que le cadre réglementaire détaillé dans le point précédent, ne comporte cependant pas de cible concernant le choix des matières premières et de leur soutenabilité.

I.1.4. Les matériaux, une composante de plus en plus essentielle

I.1.4.a. Place des matériaux dans les consommations énergétiques

La répartition des consommations énergétiques entre le poste de chauffage et celui dédié aux matériaux et à la construction d'une maison conventionnelle (cf. Figure I. 3) permet de s'apercevoir du poids relatif plus important que va prendre ce second poste au fur et à mesure de l'application du plan bâtiment [PEU 08]. On passe en effet de 8% à 60% de part relative des matériaux et de la construction dans la consommation énergétique du bâtiment pour un bâtiment d'une durée de vie de 100 ans lorsque la consommation en chauffage passe de 200 kWh/m²/an à 15 kWh/m²/an (RT 2012).

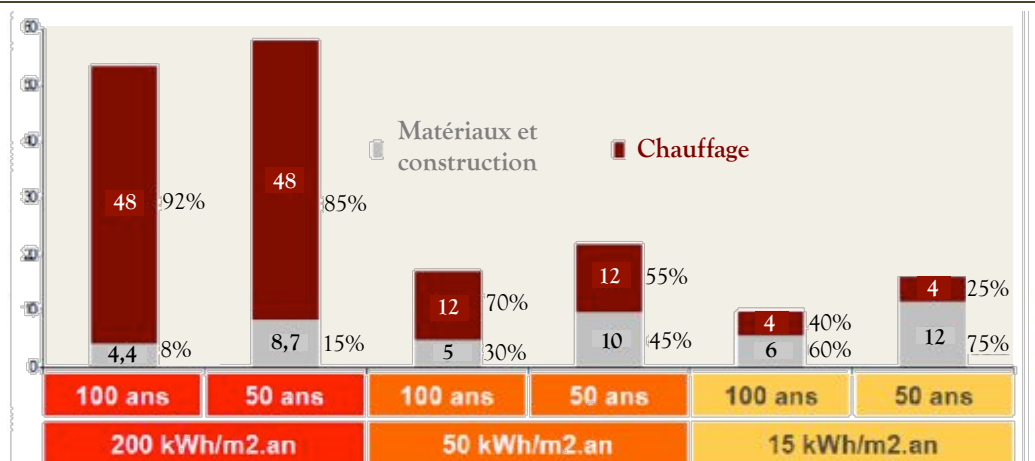


Figure I. 3. Répartition des consommations énergétiques des bâtiments, dues au chauffage, aux matériaux et à la construction, en fonction de leurs performances énergétiques et de leur durée de vie [MAG 10]

Par ailleurs, la durabilité du matériau de construction utilisé est elle aussi primordiale. Si l'on passe d'une durée de vie de 100 à 50 ans pour un bâtiment qui consomme 15 kWh/m²/an, la part relative des matériaux et de la construction dans la

⁶ HQE : Haute Qualité Environnementale, www.assohqe.org (02/09/10)

⁷ http://www.cerqual.fr/cerqual/habitat_environnement (02/09/10)

consommation énergétique du bâtiment passe de 60 à 75%. On comprend donc les enjeux importants qui vont peser sur le marché des matériaux de construction dans un horizon proche, que ce soit dans la construction neuve ou la rénovation du bâti ancien.

I.1.4.b. Qu'est-ce qu'un matériau à faible impact environnemental ?

Les points abordés dans le paragraphe précédent dressent un cahier des charges nouveau en ce qui concerne l'élaboration et le choix de matériaux de construction. On peut ainsi définir une nouvelle classe : les matériaux à faible impact environnementaux, ou encore « éco-matériaux ». Il n'existe pas à l'heure actuelle de critères clairement définis et encore moins de normes permettant de classer un matériau comme éco-matériau [PEU 08, ESC 06]. En fait, en plus des caractéristiques techniques habituelles demandées à un produit pour l'habitat, on va chercher à ce qu'il réponde au cahier des charges de la construction durable en termes de respect de l'environnement, confort de l'habitat et santé des utilisateurs (cf. Tableau I. 2).

Tableau I. 2. Qualités recherchées lors de l'élaboration d'un éco-matériau pour la construction. Bilan de différentes définitions [AMI 09, MAG 10]

Critères techniques habituels	Qualité environnementale
Performances mécaniques	Utilisation de matières premières renouvelables et recyclables (bois, végétaux, ...)
Qualité architecturale	Energie grise
Résistance au feu et à la chaleur	Emissions de GES de la « tombe au berceau »
Durabilité	Respect de l'environnement lors de l'exploitation des matières premières (eau, paysage, biodiversité...)
Facilité d'entretien	
Economique	
	Confort de l'habitat et de mise en œuvre
	Qualités thermiques : conductivité, inertie, effusivité
	Qualités hygroscopiques : perméabilité à la vapeur, diffusivité en phases vapeur et liquide, isothermes d'absorption/désorption
Qualité sanitaire	
Limitations des émissions de COV dans l'habitat et lors de la construction	
Limitations des émissions de minéraux volatils (fibres, poussières, ...), particulièrement lors de la construction.	Qualités acoustiques : coefficient d'absorption acoustique, indice d'affaiblissement acoustique

I.1.4.c. Une réglementation en constante évolution

Les nouveaux critères définis ci-dessus sont autant de points à prendre en compte lors de l'élaboration de nouveaux matériaux en laboratoire ou centre de recherche ainsi

qu'au moment du choix de matériau pour une construction donnée. A l'heure actuelle, l'Analyse de Cycle de Vie (ACV) constitue le moyen le plus répandu pour estimer l'impact environnemental d'un produit. Cet outil a été normalisé dans la série ISO 14040 [AFN 06] concernant la gestion de l'environnement. Il existe d'autres méthodes pour définir l'impact d'un produit manufacturé, notamment le bilan carbone mis en place par l'ADEME, mais son application s'avère limitée.

La mise en place des FDES⁸ (déclaration environnementale de type III) par l'AIMCC⁹ exige des fabricants de matériaux d'effectuer une ACV de leurs produits basée sur la norme précitée et à communiquer sur les aspects hygiène, sécurité et sanitaire de leurs produits. Un exemple de fiche est donné en Annexe A.3.b. Elles font l'objet de la norme NF P 01 010 et permettent d'obtenir la certification ISO 14025 [AFN 10]. Les FDES ne constituent pas au jour d'aujourd'hui une obligation réglementaire. Pour le moment, la mise en place en 2008 du règlement européen REACH [REA 06] sur les substances chimiques est la première réglementation qui touche directement ou indirectement les matériaux de construction. De manière plus ciblée, le décret n° 2011-321 du 23 mars 2011 relatif à « l'étiquetage des produits de construction ou de revêtement de mur ou de sol et des peintures et vernis sur leurs émissions de polluants volatils », impose aux fabricants, importateurs, distributeurs de produits de construction et de décoration, entreprises de construction, acheteurs de tels produits, « d'indiquer sur une étiquette, placée sur le produit ou son emballage, ses caractéristiques d'émission, une fois mis en œuvre, en substances volatiles polluantes ».

Un étiquetage non obligatoire (déclaration environnementale de type I) sur les matériaux de construction existe également mais s'avère limité. Le label ACERMI¹⁰ [ACE 09] concerne ainsi les produits isolants industriels livrés en rouleau ou en plaques. Les produits commercialisés sur le marché européen peuvent également obtenir le label Natureplus¹¹, qui fait référence en terme d'exigences puisqu'il ne concerne que les produits qui se composent d'au moins 85% de matières premières renouvelables ou d'origines minérales pratiquement inépuisables. Afin de faire des choix techniques, les bases de données de logiciels comme Cocon fournissent des informations techniques complémentaires aux fiches FDES pour de nombreux matériaux de construction (conductivité thermique, chaleur spécifique, résistance à la diffusion de la vapeur d'eau, énergie grise et impact carbone basés sur une ACV).

⁸ FDES : Fiches de Déclaration Environnementales et Sanitaires, fdes.fr (31/08/10)

⁹ AIMCC : Association des Industries de Produits de construction, www.aimcc.org (31/08/10)

¹⁰ ACERMI : Association pour la CERTification des Matériaux Isolants, <http://acermi.cstb.fr> (02/09/10)

¹¹ NaturePlus : <http://www.natureplus.org> (02/09/10)

I.2. LE CAS SPECIFIQUE DES BETONS DE PARTICULES LIGNOCELLULOSIQUES

Le mariage entre matières végétales ou animales et les liants minéraux ne date pas d'hier. Nombreux sont les vestiges du passé qui témoignent de la durabilité de ce type de mélange. Les siècles, voire les millénaires, imposent donc un constat : il est possible d'élaborer localement des matériaux de construction durables dans le temps.

A l'heure actuelle, près de 60% des habitations dans le monde sont construites en terre ou avec un mélange de terre et de matières végétales [HEG 10]. C'est le cas de l'habitat traditionnel berbère, construit en pisé, dans la partie sud du Maroc (cf. Figure I. 4).



Figure I. 4. Ksar d'Aït Ben Haddou, Maroc, XIIIème siècle. Un ensemble constructif mêlant pierre, terre et végétaux lignocellulosiques.

L'industrialisation des pays a eu pour conséquence dans ce domaine un remplacement progressif des matériaux élaborés localement par des matériaux industriels. Et pourtant, si l'on tient compte de l'objectif fixé par le plan bâtiment de 400 000 rénovations par an, 2 millions de tonnes de paille par an seraient suffisantes, soit environ 4% de la production annuelle française [AMI 09].

I.2.1. Contexte français de développement des agrobétons

Il est certain qu'à l'heure de l'omniprésent « développement durable », l'utilisation de matières dites renouvelables (pour peu qu'elles soient gérées correctement) et locales présente un intérêt croissant dans l'univers des matériaux de construction, aussi bien en France [ALC 07] que dans le reste du monde [OEC 04]. Autour des marchés principaux générés par une culture céréalière ou oléagineuse s'organisent désormais une multitude de marchés secondaires qui vont permettre une valorisation la plus complète possible. C'est notamment le cas pour le chanvre [BOU 06-1] dont les débouchés sont aussi variés que l'automobile pour les fibres, l'alimentation pour les graines ou encore le bois de la

tige pour le bâtiment. Les quantités et les sources disponibles sont nombreuses [FRD 11], **la biomasse végétale à donc un bel avenir.**

I.2.1.a. Des enjeux environnementaux et socio-économiques

Dans le domaine du bâtiment, le problème français est assez complexe. Depuis des décennies, en réaction au « mal bâti » des années d'après guerre [AMI 09], des architectes se sont structurés autour d'une nouvelle conception du bâtiment : la conception bioclimatique. Ils ont été les premiers à réutiliser des matériaux locaux pour ériger leur bâtisses [PEU 08]. Ce nouveau courant s'est imposé progressivement dans les milieux écologistes et a donné naissance à de nombreuses associations d'auto-constructeurs et une nouvelle génération d'artisans [LAU 07]. Pour eux, l'utilisation d'écomatériaux couplée à une démarche d'éco-construction se doit d'être avant tout un facteur de développement local et de lien social [AMI 10]. La récupération de ces thématiques par les milieux industriels et scientifiques génère donc légitimement des incertitudes de leur part :

« Les écomatériaux sont le plus souvent issus de ressources locales, employant de la main d'œuvre locale, mobilisant les savoir-faire locaux, s'intégrant à l'art de bâtir local et stimulant une économie protectrice des droits sociaux des travailleurs et redistributive des richesses qu'elle crée. Cette démarche s'oppose à la production industrielle de matériaux standardisés pour les maisons standards formant un paysage uniforme sans s'adapter aux particularismes climatiques ou architecturaux régionaux. » [AMI 09]

I.2.1.b. Le piège de la nouveauté : les avis techniques

Si cette démarche est possible dans certains pays européens, notamment les pays scandinaves, pour lesquels le système de certification est plus favorable [PRE 07], elle reste compliquée en France. Les matériaux de construction classiques, comme le béton ou la brique, voient leur mise en œuvre décrite dans des **Documents Techniques Unifiés (DTU)**, qui s'inscrivent bien souvent dans un cadre normatif. Il est ainsi aisé de commercialiser un produit dont le cadre technique d'utilisation fait l'objet d'un ou plusieurs DTU.

Pour pouvoir prétendre à être utilisés, les matériaux de construction innovants, tel que les bétons lignocellulosiques, doivent se plier à une démarche certificative plus complexe. C'est la condition sinéquanone pour que les maîtres d'œuvre et artisans, qui sont soumis à la garantie décennale, puissent faire assurer leur ouvrage. Les fabricants et fournisseurs de matériaux innovants sont donc en amont contraints d'apporter des garanties en termes de performance et de mise en œuvre. Au niveau français, ce n'est qu'après l'obtention d'un **avis technique** sur le produit de construction, délivré par le CSTB et renouvelable tous les 5 ans, que les assureurs consentent généralement apporter une décennale. On comprend très bien que sans cette assurabilité, les maîtres d'œuvre ne peuvent courir le risque d'utiliser un matériau novateur. Dans le cas d'un produit ou

système constructif pour lequel l'objectif est de satisfaire une demande locale, le poids financier de la réalisation d'un avis technique s'avère bien souvent trop lourd à porter.

Dans ce contexte particulier, le rôle d'associations telles que Construire en Chanvre est d'un grand intérêt puisqu'elles permettent de crédibiliser les filières en rassemblant tous les acteurs, de l'agriculteur au chercheur. Leur travail peut aboutir, comme cela a été le cas pour la filière chanvre, à la mise en place de **règles professionnelles d'exécution** qui constituent une étape intermédiaire avant le DTU.

I.2.1.c. Formation des professionnels et incitation du grand public

Au-delà des problèmes de la garantie décennale et de l'obtention d'avis techniques pour les produits innovants, il existe une carence de formation des professionnels du bâtiment qui continuent à employer les solutions conventionnelles [LAU 07]. Un des problèmes majeurs pour l'artisan réside dans la qualité saisonnière des bétons de végétaux qui ne peuvent être mis en place en conditions hivernales. Une utilisation à l'année en extérieur nécessite donc une mise en forme industrielle qui permette un séchage préalable des bétons. Ce type de mise en forme pourrait également être un facteur important pour limiter la variabilité des produits finis générée par la matière première végétale associée à une mise en œuvre manuelle. L'utilisation de matières végétales issues de l'agriculture et dont les rendements varient chaque année est de plus une source de variabilité quand à l'approvisionnement des utilisateurs. C'est d'autant plus le cas en l'absence d'une filière spécifique chargée de créer le réseau de distribution.

Le développement de ces filières nécessite bien souvent, à un moment ou un autre, une aide aux particuliers afin lancer le marché en orientant financièrement les choix. Ces aides peuvent venir de l'état lui-même ou des collectivités territoriales à tous les niveaux (région, département, commune, ...) [LAU 07]. Les écomatériaux peuvent prétendre à des mesures fiscales incitatives telles que les crédits d'impôts mais au même titre que l'achat de tout autre matériau d'isolation [DGF 09]. En fonction de l'application visée, le matériau doit remplir le cahier des charges fixé en termes de résistance thermique conductive¹². Nous verrons par la suite (§2) qu'un béton lignocellulosique, tel que le béton de chanvre, possède des propriétés intrinsèques qui ne peuvent être réduites aux seules performances thermiques. Ces dispositions jouent donc en défaveur d'un matériau comme le béton de chanvre [ADE 07].

Il est également évident que le manque de recul des connaissances scientifiques sur ce type de composites est un frein pour les décideurs, maîtres d'œuvre et maîtres d'ouvrage. Le point le plus critique concerne leur durabilité ainsi que celle des procédés les mettant en œuvre. Même si les observations archéologiques démontrent la tenue dans le temps des mélanges terre/paille (cf. §1.2.1), elles attestent seulement de leur potentiel en terme de durabilité.

¹² La résistance thermique conductive R_{cd} d'un matériau désigne sa capacité à résister au passage d'un flux de chaleur par conduction pour une épaisseur donnée. Elle s'exprime en $m^2 \cdot ^\circ C \cdot W^{-1}$.

I.2.2. Que désigne le terme Agrobétons ?

I.2.2.a. Définition générale

Un béton au sens conventionnel du terme consiste en un mélange hétérogène entre un liant minéral et des granulats, également minéraux, de dimension graduée. Par analogie, ce que nous définirons comme **Agrobéton** consistera donc en :

« Un mélange entre des granulats issus de végétaux lignocellulosiques provenant directement ou indirectement de l'agriculture ou de la foresterie, majoritaires en volume, et un liant minéral »

Ne seront pas considérés dans cette définition les mélanges incluant:

- ✗ des granulats lignocellulosiques en faible volume ;
- ✗ des fibres de végétaux lignocellulosiques en renfort dans le béton.

En effet, nombre de travaux ont pour objectif l'élaboration de matériaux de construction utilisant une ou des matières lignocellulosiques comme **renforcement de structure** et non comme agrégat léger à vocation isolante. Les matières utilisées sont en général des fibres qui servent à améliorer la résistance en traction, la ductilité et le comportement post fracture des bétons composites ainsi élaborés. L'étude scientifique de ces Bétons Renforcés de Fibres (BRF) élaborés à partir de fibres minérales ou synthétiques a commencé au début du XXème siècle [BRA 08]. Plus récemment, des travaux ont été menés pour valoriser des fibres organiques en substitution des fibres industrielles. Elles proviennent de différentes sources comme le bois [COU 05, TON 10], la noix de coco [GHA 99], le sisal [LI 00, TOL 03], le palmier [KRI 05], le bambou [SUD 06], la bagasse [AGG 95, BIL 08] ou encore le diss [MER 07]. Il est intéressant de noter que des pays comme le Brésil dotés d'une flore exceptionnelle disposent d'une large palette de fibres et la recherche est très active dans ce domaine [SAV 00, AGO 05].

I.2.2.b. Les ressources lignocellulosiques

Plusieurs matières lignocellulosiques ont fait l'objet de recherches pour être intégrées à des liants minéraux comme **granulat léger**. Le Tableau I. 3. présente une synthèse, par pays et par matière, des recherches conduites jusqu'à présent sur ce qui a été défini comme Agrobéton. Ne sont incluses que les études conduites sur des granulats légers, conduisant à des bétons de masse volumique sèche inférieure à 1000 kg/m³.

Il est intéressant de noter que la France, pays agricole et forestier, finance des recherches sur plusieurs ressources telle que le chanvre, le lin, le bois, le tournesol ou encore la betterave. Mais comme pour les bétons renforcés par des fibres naturelles, les premières études scientifiques datent des années 2000 [ARN 00, BOU 98], même si des chantiers expérimentaux ont été menés au préalable. La trajectoire suivie par le développement de ces matériaux est dite **bottom-up**, c'est-à-dire du chantier vers le laboratoire.

Tableau I. 3. Synthèse des recherches sur les matériaux mélangeant des liants minéraux et des produits lignocellulosiques pour la confection de bétons légers

Plante	Matière valorisée	Source (s)	Liant(s) utilisé(s)	Pays	Références
Chanvre	Chènevotte	Co-produit agricole	Tradical PF 70, Chaux hydrauliques, mélange métakaolin-chaux	France Autre(s)	[ARN 00, CER 05, CHA 08, ELF 08, COL 08, SAM 08, NGU 09, MAG 10, ARN 12] [EVR 08, BUT 04, EIR 06, DEB 09, HIR 10]
Lin	Ana, étoupe	Co-produit agricole	Ciment Portland, Ciment + Sucrose	France	[KHA 08, AAM 08, ELH 10]
Bois (toutes essences confondues)	Sciure, copeaux	Déchets de scierie	Ciment Portland, Mélange ciment-argile Ciment Portland,	France Autre(s)	[BOU 98, GOV 04, COA 06] [SEM 02, TUR 07]
Tournesol	Tige	Sous-produit agricole	Mélange métakaolin-chaux	France	[MAG 10, NOZ 12]
Betterave	Pulpe de betterave déshydratée	Déchets industriels alimentaires	Ciment Portland	France	[MON 08, MON 11]
Noix de coco	Coque	Déchets industriels alimentaires	Ciment Portland	Autre(s)	[KHE 01]
Durian	Coque	Déchets industriels alimentaires	Ciment Portland	Autre(s)	[KHE 01, CHA 05]
Liège	Bois	Déchets industriels	Ciment Portland	Autre(s)	[KAR 06]
Miscanthus	Tige	Co-produit (éthanol)	Ciment Portland	France	[LEN 11]

Toutes ces ressources ont un point commun, elles sont soit des co-produits ou des sous-produits, soit des déchets industriels. Ce n'est pas une liste exhaustive puisque des projets industriels sont menés avec d'autres végétaux comme le miscanthus ou les pailles de blé [FRD 11]. Ces matières, disponibles et bon marché, sont donc logiquement d'un intérêt grandissant pour diverses utilisations, notamment pour confectionner des Agrobétons. Leur valorisation permet également la réduction des impacts environnementaux face aux systèmes d'enveloppe de bâtiment traditionnels. Ce sont en effet des matières renouvelables, biodégradables, neutres en ce qui concerne les émissions de GES et nécessitant peu d'énergie pour être transformées [BAL 04]. Néanmoins, toutes ne peuvent être utilisées et il est nécessaire de définir un cahier des charges pour leur

sélection. Une récente étude réalisée conjointement entre l'ADEME et FRD¹³ fait le point sur les gisements et disponibilités mondiales des fibres végétales [FRD 11].

1.2.3. Caractéristiques générales des agroressources lignocellulosiques

1.2.3.a. Composition chimique

Les ressources préférentiellement choisies pour élaborer des Agrobétons sont dites lignocellulosiques. L'étymologie du mot permet de comprendre qu'elles sont constituées majoritairement de **cellulose** et de **lignine**, qui sont les deux composés les plus présents dans la biomasse végétale (≈70%). Deux autres composés moléculaires majeurs vont se retrouver dans les tiges de ses végétaux : les **hémicelluloses** et les **pectines**. Toutes ces substances sont formées de chaînes macromoléculaires organiques qui constituent les polysaccharides. Quelques éléments mineurs tels que des cires et des protéines sont aussi présents.

La **cellulose** est un polymère de glucose qui est l'un des constituants principaux de la paroi végétale. Il s'agit du biopolymère responsable de la majorité des résistances mécaniques dans les végétaux ne possédant pas de tissus secondaires. Son organisation, majoritairement cristalline, rend la cellulose **insoluble dans la plupart des solvants notamment l'eau**, même si ce composé reste très hydrophile.

Les **lignines** se présentent sous forme de polymères tridimensionnels. Leur structure complexe varie en fonction de l'espèce mais aussi des éléments morphologiques (fibres, vaisseaux...). Elles confèrent aux végétaux qui en possèdent **rigidité et imperméabilité**, les lignines étant des composés très hydrophobes. Enfin, elles participent à la cohésion des fibres dans les parties boisées lignocellulosiques du xylème et leur apportent une importante résistance en compression.

Les **hémicelluloses** sont des polysaccharides à chaînes plus courtes que celles de la cellulose et à structure amorphe. Elles sont hydrophiles et ont notamment la **capacité de gonfler au contact de l'eau**. C'est ce gonflement qui est responsable de l'instabilité dimensionnelle du bois. Par ailleurs, les hémicelluloses sont solubles dans l'eau et peuvent être extraites de la paroi lors d'une trempe alcaline notamment.

Les **pectines** sont des polysaccharides acides. Elles sont présentes en quantité importante dans la lamelle mitoyenne (cf. §1.2.3.c), où elles assurent la cohésion des cellules. Au même titre que les hémicelluloses, il s'agit d'un composé soluble dans l'eau. Il faut noter que la composition et la structure des hémicelluloses et des pectines varie avec l'espèce végétale et est de ce fait très complexe à appréhender.

¹³ FRD : Fibres Recherche et Développement

I.2.3.b. Organisation structurale

Les **végétaux lignocellulosiques** peuvent être décrits à trois niveaux : **macroscopique, microscopique et moléculaire**. Dans le cas des tiges ou pailles qui représentent le plus gros potentiel pour l'élaboration d'Agrobétons, la structure macroscopique peut être généralement décrite comme sur la Figure I. 6. Les tiges des végétaux lignocellulosiques peuvent être de deux types : monocotylédones ou dicotylédones. Dans le cas de végétaux annuels comme les pailles, ces deux types de tiges auront la même composition mais une organisation différente. Ce n'est qu'à partir de la deuxième année, comme dans le cas du bois, que l'on commence à former des tissus secondaires constituant les cernes annuels [WIE 05].

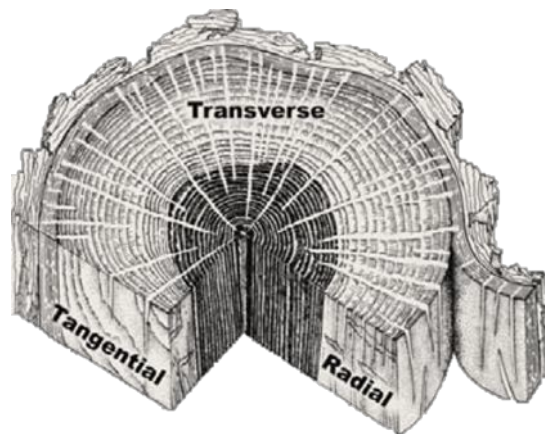


Figure I. 5. Plans de section caractéristiques des tiges lignocellulosiques [RAV 70]

En fonction de la ressource disponible et des co-valorisations, la tige peut être valorisée en partie ou entièrement pour la confection d'Agrobétons. L'utilisation de la tige dans son entier complexifie bien entendu les phénomènes d'interaction entre le végétal et le liant éventuel. En effet, la composition chimique des différentes structures végétales est sujette à variation. La coloration au carminot-vert de Mirande de la coupe visible en Figure I. 6 permet en effet de distinguer en vert les zones à forte présence ligniques, les autres zones étant plus riches en cellulose [GUY 10].

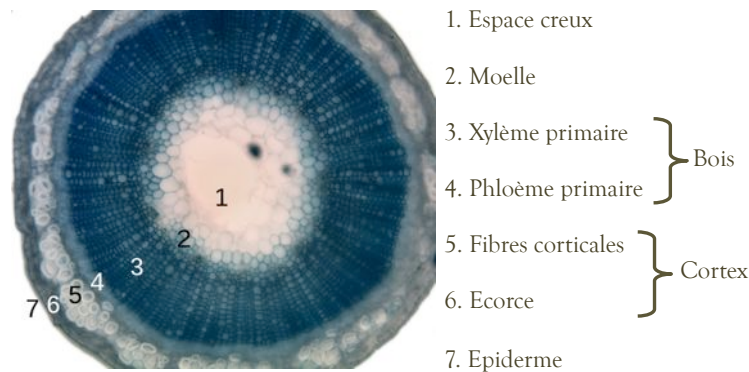


Figure I. 6. Coupe transversale d'une tige de dicotylédone jeune (lin) colorée au carminot-vert de Mirande et détail des structures associées [GUY 10]

A l'échelle microscopique, il est intéressant de noter la multiple porosité qui caractérise ces végétaux et dont le but est de subvenir aux besoins physiologiques de la plante. Par exemple, le xylème et le phloème servent respectivement à la circulation de la sève brute et de la sève élaborée [RAV 70].

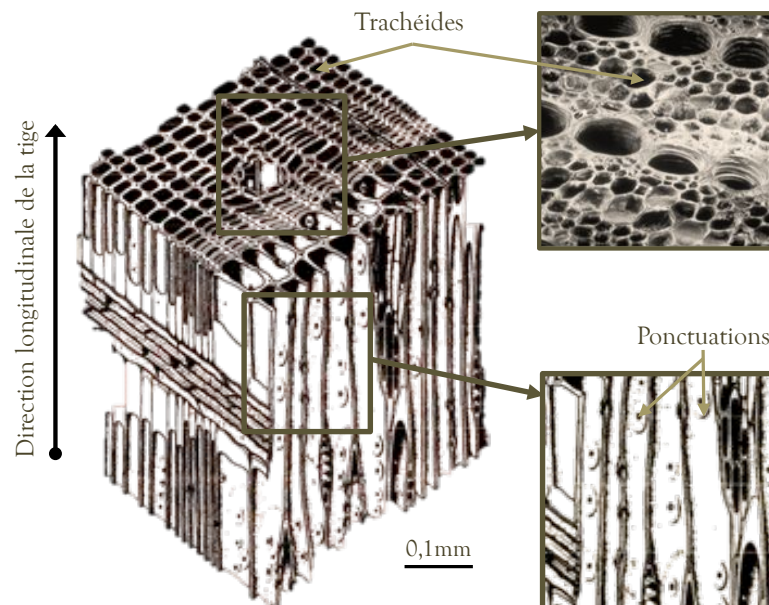


Figure I. 7. Représentation tridimensionnelle de la structure d'un bois tendre [RIV 91]

Une représentation tridimensionnelle du xylème des bois tendres est donnée par River et al. [RIV 91] (cf. Figure I. 7). Elle souligne l'organisation en cellules en majorité orientées longitudinalement. Certaines cellules sont dépourvues de paroi terminale et peuvent constituer de véritables vaisseaux ou trachéides pouvant transporter la sève (Figure I. 7). Ces parois latérales sont parsemées de ponctuations, ouvertures intégrées aux parois, dont le rôle est d'effectuer le transfert des fluides entre les différentes cellules.

I.2.3.c. Organisation cellulaire

A l'échelle cellulaire, les végétaux lignocellulosiques sont constitués de longues cellules à l'organisation complexe, à l'exception de la moelle cellulosique à la structure en nid d'abeille (cf. Figure I. 8). La lamelle mitoyenne est majoritairement constituée de pectines qui jouent le rôle de liant entre les cellules. Les parois primaires sont constituées de cellulose bordée de microfibrilles d'hémicelluloses, et sont reliées par un réseau de pectines et de protéines [SED 07]. Les parois secondaires ont les mêmes constituants mais contiennent en plus de la lignine qui vient s'insérer et bloquer la croissance cellulaire. Ce processus s'effectue dans le cas des arbres lorsqu'une nouvelle couche de bois tendre vient remplacer la précédente au printemps. En revanche, dans les végétaux lignocellulosiques annuels, la paroi secondaire n'a pas le temps de se former. Le rôle de la cellule est alors de conduire les fluides nourriciers (sève, eau...) à travers un conduit : le lumen.

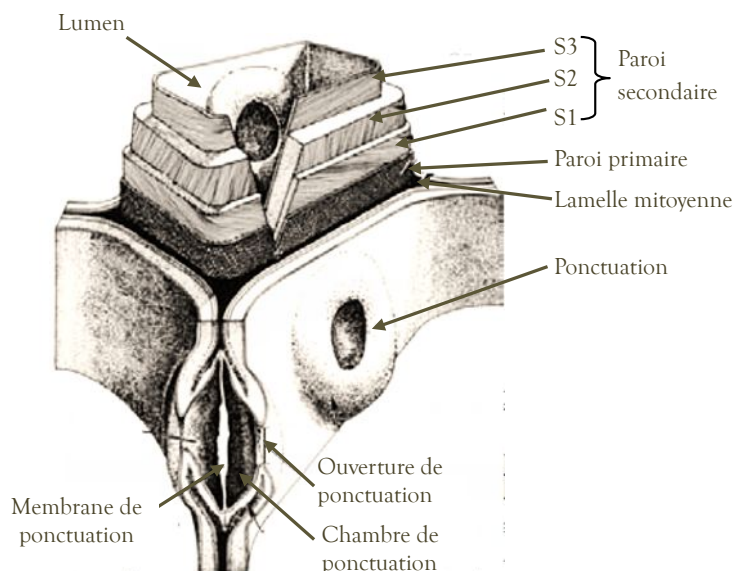


Figure I. 8. Structure de la cellule végétale constitutive des végétaux lignocellulosiques annuels [WIE 05]

Les différentes échelles structurales du végétal décrites (cf. Tableau I. 4) sont autant de paramètres à prendre en compte lors d'un choix technique [GAR 08]. La taille des structures, leur organisation et leur constitution moléculaire vont en effet influencer sur le comportement du végétal dans le milieu alcalin formé par le liant minéral hydraté. Ces paramètres seront détaillés de manière plus large et comparative entre les végétaux utilisés au cours de la thèse dans la seconde partie du document.

Tableau I. 4. Dimensions caractéristiques des structures des tiges de végétaux lignocellulosiques

Type de structure	Dimension caractéristique	Source(s)
Diamètre des pores de la paroi primaire	1,7 - 2nm	[GAR 08]
Diamètre d'une ponctuation ouverte	200 nm	[GAR 08]
Diamètre du lumen des trachéides	4-25 μm	[GAR 08]

II. COMPORTEMENT DES BETONS DE PARTICULES LIGNOCELLULOSIQUES

Dans cette partie, un état des lieux du matériau béton de chanvre, seul Agrobéton à faire l'objet de règles professionnelles de mise en œuvre manuelle [FFB 09], sera effectué. Cette synthèse sera axée particulièrement sur les développements à vocation industrielle, pour lesquels le matériau chanvre est orienté dans une direction privilégiée. Cela peut être dû à une mise en forme par projection [ELF 08, MOU 09], par compactage [CER 05, NGU 09-1] ou par vibrocompaction [BUT 04, MAG 10]. Les caractéristiques du matériau classiquement observées seront détaillées, notamment celles de transfert de masse et de chaleur. Il est important de comprendre que la nature même du matériau engendre des propriétés d'une variabilité plus importante que les matériaux classiques. En fonction des conditions climatiques annuelles, de la densité de semis, de la variété de chanvre ou de la chaîne de transformation, les caractéristiques de la chènevotte vont évoluer [BOU 06-1]. Une mise en œuvre manuelle du matériau ajoute encore à ce problème.

Par ailleurs, le but étant d'effectuer une analyse comportementale du matériau, les résultats obtenus avec le couple formé par le liant PF70 et le granulat de chanvre Chanvribat seront principalement étudiés. Des parallèles avec d'autres Agrobétons lignocellulosiques pourront être faits, les travaux menés jusqu'à présent restant majoritairement des études de faisabilité.

II.1. LE BETON DE CHANVRE ET CHAUX COMME PRECURSEUR

Si on ne devait retenir qu'un seul des bétons légers élaborés à partir de granulats lignocellulosiques, ce serait sans contexte le béton de chaux et de chanvre, ou BCC¹⁴. Il consiste à la base en un mélange de granulats de tige de chanvre (**Chènevotte**), d'un liant minéral, d'eau et éventuellement de sable. Testé depuis plusieurs décennies par quelques architectes précurseurs, il fait l'objet de recherches et de développements en nombre croissant depuis plus de 10 ans [HUS 08].

II.1.1. Applications et mise en œuvre

La particularité première du béton de chanvre vient de sa multifonctionnalité. En fonction de l'application souhaitée (mur, toiture, dalle...), la formulation et la mise en œuvre du matériau vont varier. Les règles professionnelles [FFB 09] qui régissent la construction en BCC effectuée de manière manuelle décrivent d'ailleurs séparément chacune de ces applications (cf. Tableau I. 5). Les inconvénients inhérents à cette formulation résident dans la lenteur d'exécution et la quantité importante d'eau

¹⁴ BCC : Béton de Chanvre et de Chaux

nécessaire à sa préparation (rapport en masse Eau/Liant $> 1,5$) qui conduit à un temps de séchage de plusieurs mois [HUS 08].

Tableau I. 5. Dosages du BCC à mettre en œuvre manuellement en fonction de l'application visée [CEC 09]

	Chanvre [kg/m ³]	Liant [kg/m ³]	Eau [kg/m ³]	Liant / Granulat L/G	Masse volumique sèche [kg/m ³]	Utilisation /Caractéristiques
Toit	100	100	200	1	$\rho \approx 250$	Très peu de liant, fonction d'isolant
Sol	100	275	500	2,75	$\rho \approx 500$	Couches d'isolation ou de dalles d'étage
Mur	100	220	350	2,2	$\rho \approx 420$	Compromis résistance mécanique/isolation
Enduit	100	800	500	8	$\rho \approx 800$	Forte teneur en liant

Cependant, la fabrication et la mise en œuvre de ce matériau ne se font pas uniquement manuellement. Le matériau peut également être mis en place par projection directement sur un mur ou dans des coffrages aménagés en toiture [ELF 08, MOU 09]. Cette méthode permet une mise en place nettement plus rapide et nécessite une quantité d'eau plus faible ce qui diminue le temps de séchage. En revanche, les propriétés résultantes sont plus inhomogènes. Il est néanmoins difficile pour un artisan seul d'acheter ce type de matériel, coûteux et nécessitant un véhicule approprié.

Une dernière solution est aujourd'hui proposée : la préfabrication. Il existe en France plusieurs fabricants de blocs de BCC non porteurs (cf. Figure I. 9). En Belgique, les parois préfabriquées existent déjà sur le marché. Si l'on se réfère au paragraphe précédent (§0), il semble que la préfabrication soit la solution la plus à même de régler les problèmes liés au développement des bétons lignocellulosiques. Arnaud [ARN 09] parle des avantages suivants :

- ✶ Matières premières et processus (Compactage, conditions de cure...) ;
- ✶ Facilité de pose et productivité accrue ;
- ✶ Caractéristiques techniques constante ;
- ✶ Uniformité de la production et démarche qualité facilitée ;
- ✶ Réseau de fabrication existant.

Rajoutons que cette technique présente l'avantage d'éviter les composés volatils sur chantier. Elle nécessite cependant l'utilisation d'une structure porteuse annexe, les performances mécaniques étant à l'heure actuelle loin d'être structurelle. Par ailleurs, les auteurs [CER 05, NGU 09-1] attestent de problèmes d'homogénéité lorsque des couches trop importantes de BCC sont mises en forme par compaction en raison de frottements contre les parois du moule.



Figure I. 9. Bloc de BCC et système constructif associé (<http://www.easychanvre.fr>, 31/08/10)

II.1.2. ACV des bétons de chanvre

Les végétaux lignocellulosiques sont recherchés pour une utilisation dans la construction en raison de leur qualité de **puits de carbone**. Lors de leur phase de croissance, ils captent du CO_2 nécessaire à l'accomplissement de la photosynthèse. Ce CO_2 reste ensuite emprisonné dans le béton lignocellulosique tout au long de son utilisation. L'effet puits de carbone est encore accentué lorsque l'on utilise comme liant la chaux, dont la solidification par carbonatation (cf. Chapitre V) nécessite l'intégration de gaz carbonique. Le matériau chanvre-chaux a d'ailleurs fait l'objet d'une ACV réalisée sur un béton banché sur ossature bois par l'INRA [BOU 06-2]. Les résultats attestent de l'intérêt de ce matériau qui pour les paramètres étudiés sur un cycle de vie de 100 ans capte 35,5 kg de CO_2 équivalent par m^2 de mur d'une épaisseur de 26cm. En comparaison, les émissions d'un mur construit selon la méthode conventionnelle (solution parpaing + isolant) sont d'environ 100 kg CO_2/m^2 [BEV 08]. Il est à noter que la fabrication du liant considéré dans cette étude (Tradical PF 70) est la principale cause d'émissions de GES et de consommation d'énergies non renouvelables (cf. Figure I. 10). C'est donc sur ce terrain que peut encore être amélioré le bilan environnemental des bétons de chanvre, et plus largement des bétons lignocellulosiques.

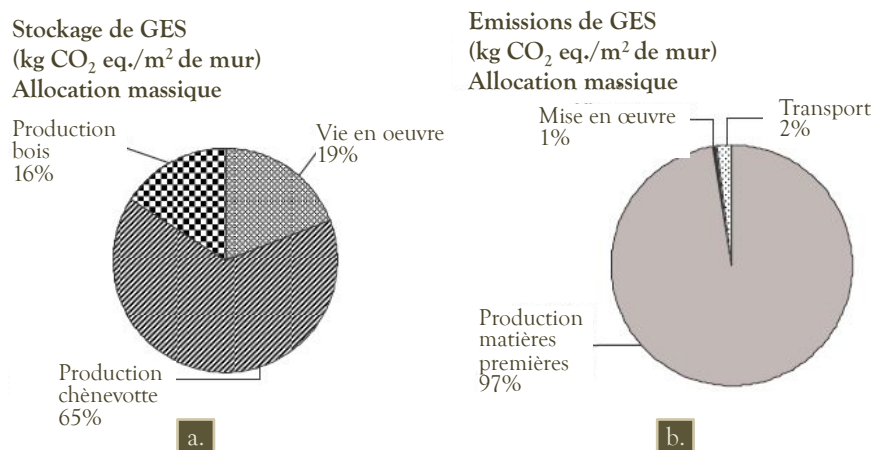


Figure I. 10. Analyse de cycle de vie du BCC banché réalisée avec la formulation mur [BOU 06-2]. Répartition massique du stockage (a.) et des émissions (b.) de gaz à effet de serre au cours du cycle de vie du BCC et répartition relative entre ces deux postes.

II.2. POROSITES DU BETON DE CHANVRE

De nombreux travaux traitent des propriétés thermiques des bétons de particules lignocellulosiques car ils sont avant tout élaborés pour réaliser des murs à isolation intégrée. Néanmoins, il est depuis longtemps considéré dans le cas des BCC que ces propriétés thermiques ne peuvent être abordées seules, le caractère hygroscopique du matériau nécessitant une prise en compte des transferts de masse [ARN 00]. Des études de plus en plus nombreuses sont menées en ce sens pour caractériser ce couplage dans les BCC ou d'autres bétons lignocellulosiques en régime transitoire [CHA 05, EVR 08, TRA 10]. Des logiciels de simulation comme WUFI, réservés aujourd'hui à la recherche, pourraient à l'avenir être utilisés par les bureaux d'étude. Leur utilisation requiert cependant la détermination de paramètres physiques, thermiques et hydriques intrinsèques au matériau [EVR 08].

II.2.1. Facteurs d'influence

Le BCC est en fait un **mélange de trois constituants** : l'intérieur de la tige de chanvre (chènevotte), un liant minéral et de l'eau. En fonction des **propriétés souhaitées**, les **proportions respectives** de ces composantes **vont varier** (cf. Figure I. 11). En règle générale, plus la quantité de chanvre est importante, plus on obtiendra un béton léger [CER 05, BUT 04]. Néanmoins, nombreux sont les facteurs qui vont influencer les propriétés des bétons de chanvre. Plusieurs études les définissent selon deux types : les facteurs de composition et de mise en œuvre (cf. Tableau I. 6). Pour le moment, il semble difficile de savoir quels paramètres sont prépondérants et quels sont les couplages qui peuvent exister [NGU 09-1]. Nous verrons par la suite que certaines études conduisent même à des effets inverses de certains paramètres. D'autres facteurs pourraient être inclus dans les facteurs de composition comme par exemple le traitement appliqué au végétal [HUS 08]. Ce point sera abordé au paragraphe Chapitre II:III de cette synthèse. Il a été choisi de centrer l'étude sur une sélection de formulations permettant de mieux comprendre l'influence de ces facteurs. Les travaux présentés seront ceux menés avec le **liant Tradical PF 70** pour faciliter les comparaisons et la compréhension. Le Tableau I. 7 présente les formulations et les travaux qui font l'objet de cette synthèse.

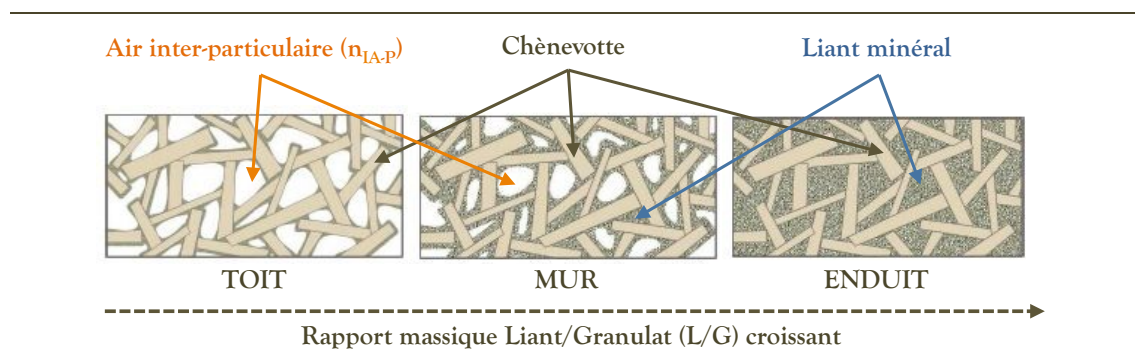


Figure I. 11. Microstructure du béton de chanvre sec en fonction du dosage [EVR 05]

Tableau I. 6. Facteurs influençant la résistance mécanique d'un aggloméré chanvre-chaux.
Synthèse de différentes sources [BUT 04] [HUS 08] [NGU 09]

Facteurs de composition	Facteurs de mise en œuvre
Nature du liant et des adjuvants	Séquence de malaxage
Rapport massique Liant/Granulat	Cure appliquée
Nature de la chènevotte	Temps de cure
Taille des particules de chènevotte	Procédé de mise en forme (compactage, projection, banchage...)
Rapport massique Eau/Liant	

Tableau I. 7. Formulations à base de Chanvribat et PF70 répertoriées dans la littérature

Nom utilisé par l'auteur	Pourcentages massiques initiaux			Mise en forme	Auteur	Compactage Mpa	L/G* en masse	E/L** en masse	ρ_{AFB}^{***} kg/m ³
	Chanvribat	PF70	Eau						
Toit	25,1	24,6	50,3	Compactage	[CER 05]	0,05	1,0	2,0	455
	25	25	50	Manuelle	[EVR 08]	-	1,0	2,0	-
Dalle A3-2	14,2	34,8	50,9	Compactage	[CER 05]	0,05	2,5	1,5	789
	9,9	47,7	42,4	0,05MPa		0,05	4,8	0,9	1042
Mur						0,025			593
	16,5	33,7	49,8	Compactage	[CER 05]	0,05			669
						0,1			764
				Projection	[ELF 08]	-	2	1,5	-
	16	34	50		[MOU 09]	-			-
				Manuelle	[COL 08]	-			-
	17	33	50		[EVR 08]	-			-
AAA	36,8	40,8	22,4	Compactage [NGU 09-1]		1,6	1,1	0,55	652
BAA	23,1	49,6	27,3			0,81	2,15	0,55	661
BAB	20,0	43,0	37,0			0,39	2,15	0,86	670
BAC	19,4	41,8	38,8			0,39	2,15	0,93	662
BBA	23,1	49,6	27,3			1,41	2,15	0,55	864
BBB	20,0	43,0	37,0			0,88	2,15	0,86	868
BBC	19,4	41,8	38,8			0,73	2,15	0,93	874
BCA	23,1	49,6	27,3			1,7	2,15	0,55	921
BCC	19,4	41,8	38,8			1,05	2,15	0,93	944
CAB	13,4	46,6	40,0			0,31	3,48	0,86	680
CAC	13,0	45,1	41,9			0,09	3,48	0,93	690
CCC	13,0	45,1	41,9			0,25	3,48	0,93	929

* L/G : Rapport Liant/Granulat en masse

** E/L : Rapport Eau/Liant en masse

*** ρ_{AFB} : Masse volumique apparente fraîche du mélange après mise en forme

II.2.2. Une porosité multi-échelle

Avant toute chose, il est important de définir clairement les caractéristiques physiques des bétons lignocellulosiques, qui constituent un milieu poreux non saturé. Samri [SAM 08] définit clairement ce milieu et nous utiliserons donc les mêmes nomenclatures (cf. Figure I. 2.).



Figure I. 12. Milieu poreux non saturé [SAM 08]

Toute éprouvette de béton possède des caractéristiques physiques intrinsèques qui peuvent être définies à partir du modèle défini ci-dessus. Elles sont répertoriées dans le Tableau I. 8. et sont le direct reflet du matériau et de son environnement (température, humidité ambiante, ...).

Tableau I. 8. Grandeurs physiques caractérisant les milieux poreux non saturés

Grandeur	Symbole	Relation	Unité
Masse volumique apparente	ρ_A	$\rho_A = m_{TOT}/V_A = \rho_{A0} \cdot (1+w)$	$[\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}]$
Masse volumique apparente sèche	ρ_{A0}	$\rho_{A0} = (m_{GAZ} + m_{SOL})/V_A$ $\approx m_{SOL}/V_A$	$[\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}]$
Masse volumique absolue	ρ_S	$\rho_S = m_{SOL}/V_{SOL}$	$[\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}]$
Porosité totale	n_{TOT}	$(\rho_{A0} - \rho_S)/\rho_{A0} = n_O + n_F$	$[\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-3}]$
Porosité ouverte	n_{OUV}	$n_{OUV} = n_{TOT} - n_{FER}$	$[\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-3}]$
Porosité fermée ou occluse	n_{FER}	$n_{FER} = n_{TOT} - n_{OUV}$	$[\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-3}]$
Teneur en eau massique	W	$(m_{TOT} - m_{SOL})/m_{TOT}$ $\approx m_{LIQ}/m_{TOT}$	$[\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-3}]$

La porosité du béton de chanvre a été un thème récurrent dans les études menées jusque lors puisqu'elle est à la base de ses propriétés complexes. Collet et al. [COL 08] ont mené une étude en porosimétrie mercure de ce matériau couplée à la méthode d'estimation BJH [BAR 51] basée sur les courbes d'absorption/désorption du matériau (voir §II.3). Ils distinguent trois familles de micropores (cf. Figure I. 13) dont les pics

apparaissent 1) entre 450 et 720 nm, 2) entre 60 et 90nm et 3) entre 10 et 40 nm. Ils correspondent à la porosité du liant PF 70 déterminée dans le travail de Goyer [GOY 07]. En plus de ces micropores, deux familles de porosité dites mésoscopiques sont visibles entre 10 et 40 μ m et entre 100 et 300 μ m. Elles correspondent respectivement aux pores formés par le réseau capillaire de la chènevotte et à la porosité du liant formée par entrainement d'air. On peut néanmoins se poser quelques questions quant à la validité de ces résultats en raison de la fragilité des particules végétales mais aussi de la matrice inter-particulaire parfois poudrée de ces matériaux. De plus, la porosimétrie mercure souffre de l'effet « bouteille d'encre » détaillé dans le travail des mêmes auteurs. C'est pour cette raison que la porosité mésoscopique apparait beaucoup plus faible en volume que la porosité microscopique.

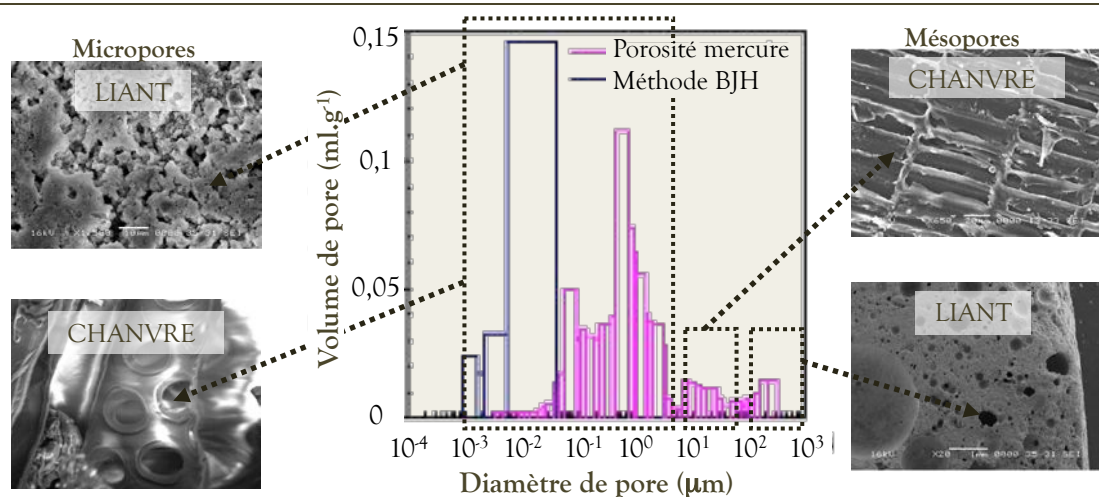


Figure I. 13. Distribution porale incrémentale de la formulation Mur de béton de chanvre obtenue en couplant la porosimétrie mercure et la méthode BJH [COL 08, NGU 09-1]

Des observations microscopiques permettent de valider ces résultats de mesure, qui ne sont toutefois que qualitatifs en raison des problèmes évoqués. Ces techniques ne permettent cependant pas de distinguer ce que voit l'œil nu, à savoir des macro-porosités générées par l'empilement imparfait des particules et qui peuvent atteindre plusieurs millimètres. On peut donc définir schématiquement le béton de chanvre comme sur la Figure I. 14.

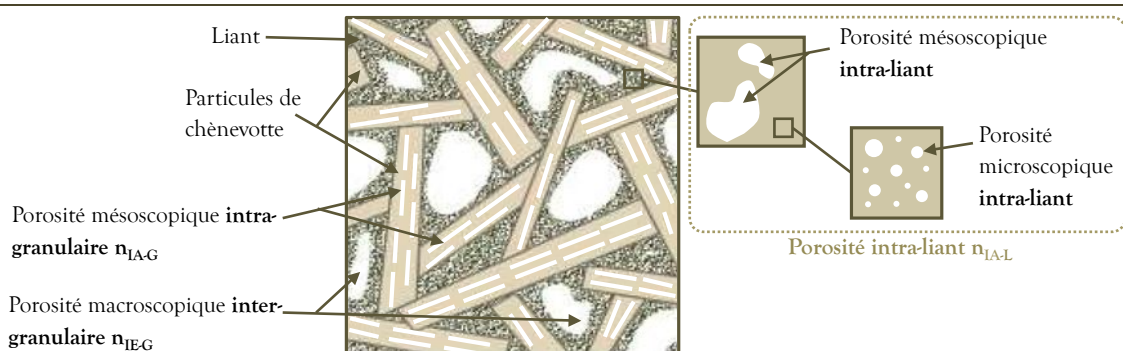


Figure I. 14. Schéma structural de la triple porosité du béton de chanvre.

En terme de composition volumique, trois porosités sont retenues chez certains auteurs [NGU 09-2] et sont plus rattachées aux composants pris séparément et à l'empilement granulaire qu'aux tailles de pores. Ce sont les porosités que nous désigneront comme intra-particulaire n_{IA-P} , inter-particulaire n_{IE-P} et intra-liant n_{IA-L} (cf. Tableau I. 9). On note la relation suivante :

$$n_{TOT-B} = n_{IA-P} + n_{IE-P} + n_{IA-L} \quad \text{Eq. I. 1.}$$

Tableau I. 9. Nomenclature* utilisée pour décrire les masses volumiques et porosités des composants des Agrobétons dans ce document.

Caractéristique	Echelle considérée	Symbole	Relation	Unité
MATIERE DENSE				
Masse volumique solide	ρ_{S-X}	Matière lignocellulosique	ρ_{S-P}	[kg.m ⁻³]
		Matière minérale	ρ_{S-L}	
PARTICULE VEGETALE ISOLEE, POUDRE MINERALE OU LIANT SOLIDIFIE				
Masse volumique réelle sèche du constituant	ρ_{R0-X}	Particule végétale /poudre minérale	ρ_{R0-P}	[kg.m ⁻³]
		Liant solide	ρ_{R0-L}	
Porosité du constituant	n_{TOT-X}	Intra-particule/ intra-poudres	n_{TOT-P}	[m ³ .m ⁻³]
		Intra-liant	n_{TOT-L}	
EMPILEMENT GRANULAIRE				
Masse volumique apparente sèche ou vrac	ρ_{A0-X}	Granulats en vrac	ρ_{A0-G}	[kg.m ⁻³]
		Liant vrac	ρ_{A0-L}	
Porosité entre granulats	n_{IE-X}	Inter-granulats	n_{IE-G}	[m ³ .m ⁻³]
		Inter-poudres	n_{IE-P}	
Porosité des granulats	n_{IA-X}	Intra-granulats	n_{IA-G}	[m ³ .m ⁻³]
		Intra-poudres	n_{IA-P}	
COMPOSITE LIANT/PARTICULES (AGROBETON)				
Masse volumique apparente fraîche de l'agrobéton		Composite	ρ_{AF-B}	[kg.m ⁻³]
Masse volumique apparente sèche de l'agrobéton		Composite	ρ_{A0-B}	[kg.m ⁻³]
Dosage des composants du mélange frais	ρ_{m-X}	Liant	ρ_{M-L}	[kg.m ⁻³]
		Granulat	ρ_{M-G}	
		Eau	ρ_{M-E}	
Porosités de l'agrobéton		Totale	n_{TOT-B}	[m ³ .m ⁻³]
		Intra-granulats	n_{IA-G}	
		Inter-granulats	n_{IE-G}	
		Intra-liant	n_{IA-L}	

* La nomenclature utilisée pour décrire les masses volumiques est basée sur la norme EN 1097-3 [AFN 98].

Tableau I. 10. Caractéristiques physiques des BCC relevées dans la bibliographie

Nom utilisé par l'auteur	Auteur	Mise en forme	Dosage des composants du mélange frais de BCC [kg.m ⁻³]						n _{TOT} [%]		n _{OUV} [%]		W _{SAT} [%]
			Chênevotte	PF70	Eau	ρ _{AEB} [kg.m ⁻³]	ρ _{A0B} [kg.m ⁻³]	n _{IAG} [%]	n _{IAL} [%]	n _{IEG} [%]	Méthode	Mesure	
Dalle			ρ _{m-P}	ρ _{m-L}	ρ _{m-E}								
			112	274,6	401,6	789	460	36	15	26		78,3	77
A3-2		Compaction 0,05MPa	103,2	497	441,8	104 2	661	34	27	11		71,8	-
Toit			114,2	111,9	228,9	455	256	37	6	44	Estimation	86,8	80
	[CER 05]	Comp. 0,025MPa	97,9	199,9	295,3	593	348	32	11	40	avec n _p =83,4% et n _L =50,7%	83,4	-
		Comp. 0,05MPa	110,4	225,4	333,2	669	390	36	12	33		81,5	77
Mur		Comp. 0,1MPa	126,1	257,5	380,5	764	473	41	14	21		76,6	-
	[COL 08]	Manuelle	-	-	-	-	440					76,5	70,6
SI2C		Projection	-	-	-	-	440				Pycnométrie à l'acétone	77,4	53
Easy- chanvre	[CHA 08]	Vibro- compaction	-	-	-	-	290					79,5	140
			239,7	266,1	146,4	652	582	78	14	-22		70,6	16
AAA			152,7	328,2	180,5	661	565	50	18	5		72,6	
BAA			134	288,1	247,7	670	502	44	15	16		75,6	
BAB			128,7	276,5	257,2	662	489	42	15	19		75,9	
BAC			199,3	428,6	235,7	864	735	65	23	-24	Estimation	64,0	
BBA			173,6	373,2	321	868	652	57	20	-9	avec	67,8	
BBB	[NGU 09- 1]	Compaction variable	169,7	364,8	339,3	874	622	55	20	-6	n _p =83,4% et n _L =50,7%	68,6	
BBC			212,5	456,9	251,3	921	777	69	25	-31		63,1	
BCA			183,4	394,2	366,7	944	697	60	21	-14		66,9	
BCC			91	316,5	272,2	680	570	30	17	25		71,3	
CAB			89,4	311,2	289,4	690	495	29	17	30		76,2	
CAC			120,4	419	389,7	929	636	39	23	8		70,1	
CCC													

L'expérience montre la nécessité de mesurer la porosité à la même date que les essais mécaniques car celle-ci diminue au cours du temps. En effet, la carbonatation, comme la formation d'hydrates induisent un comblement des pores du matériau [GOY 07]. Cette porosité multi-échelle a été caractérisée en volume lors de différents travaux, en utilisant des approches différentes (cf. Tableau I. 10).

Les données issues de la bibliographie montrent que la porosimétrie à l'air utilisée par Cerezo donne une porosité ouverte n_{OUV} très importante, très proche de la porosité totale estimée $n_{TOT.B}$. Ce résultat souligne que malgré la présence de liant, le réseau des capillaires végétaux reste majoritairement interconnecté. Le calcul de la porosité totale estimée (cf. Eq. I.1) effectué par cet auteur est basé sur la porosité des constituants prise séparément, à savoir celle des particules de chanvre d'un côté et du liant solidifié de l'autre. Par ailleurs, il est nécessaire de connaître la masse volumique de chacun de constituants dans le mélange frais. Les hypothèses retenues par les auteurs sont les suivantes :

- ✎ le volume total du matériau avant et après prise reste le même ;
- ✎ le volume des particules reste constant, quelque soit la contrainte de compactage appliquée ;
- ✎ l'eau disparaît totalement des particules à l'état final.

Les auteurs cités ci-dessus font l'hypothèse que la porosité interne au liant est identique à celle du mélange n'incluant pas de particules végétales. Ils ne considèrent donc pas que le végétal puisse avoir une influence sur la structure même du liant, y compris lors d'une prise hydraulique engendrant un couplage physico-chimique de l'eau.

La répartition de $n_{TOT.B}$ entre les porosités intra-particulaires $n_{IA.P}$, intra-liant $n_{IA.L}$ et inter-particulaires $n_{IE.P}$ en tenant compte de ces hypothèses soulignent que le compactage entraîne la diminution de $n_{IE.P}$ (que Cerezo désigne par porosité mésoscopique), les porosités internes aux composants restant les mêmes. Une mise en œuvre par compactage, tassage ou projection va prioritairement réarranger les particules et ainsi diminuer la porosité macroscopique [CER 05, NGU 09-2]. Toutes les propriétés du matériau vont ainsi s'en trouver modifiées. Ce type de procédé va par ailleurs engendrer une stratification du matériau, d'autant plus grande que l'effort de compactage sera important [NGU 09-1]. Si l'on applique la méthode d'estimation de la porosité totale aux résultats obtenus par Nguyen [NGU 09-1], on s'aperçoit que les fortes contraintes de compactage appliquées ne sont pas sans modifier la structure du végétal. En effet, la porosité inter-particulaire, déterminée à partir des porosités intra-constituants, est négative pour certains mélanges. Autrement dit, comme l'ont observé plusieurs auteurs, la porosité inter-particulaire diminuerait fortement lors du compactage avant que les efforts ne se concentrent sur les particules végétales.

La porosité accessible à l'eau, déterminée par Chamoin [CHA 08] et Collet [COL 08], donne des résultats plus faibles pour n_{OUV} , la pression capillaire ne lui permettant pas de remplir tous les pores (cf. Tableau I. 10). Elle atteste cependant du fort pouvoir

hygrophile du matériau qui, en fonction de sa densité, absorbe plus d'une fois et demi son poids en eau. Cette affinité pour l'eau est à la base du comportement hydrique très particulier des BCC et va influencer non seulement la prise et le séchage du matériau, mais aussi ses propriétés thermiques.

II.2.3. Séchage et conservation

Nous verrons dans les paragraphes suivants l'influence que peut avoir la masse volumique réelle sèche ρ_{A0-B} d'une éprouvette de béton lignocellulosique sur ses propriétés, aussi bien hygrothermiques que mécaniques. Or cette masse volumique est fortement dépendante de la mise en forme du matériau. Evrard [EVR 08] observe ainsi pour la formulation mur une masse volumique de $309 \pm 3 \text{ kg.m}^{-3}$ et $470 \pm 7 \text{ kg.m}^{-3}$ respectivement pour une mise en œuvre en vrac et tassée. Il en est de même pour Cerezo et Nguyen [CER 05, NGU 09-1] qui observent une relation linéaire croissante entre la force de compactage appliquée à un BCC lors de sa mise en forme et sa masse volumique à l'état frais ρ_{AF-B} .

Le mélange des trois constituants des bétons de chanvre, dont une part importante d'eau, induit une phase de séchage importante. En fonction de la porosité du matériau final et de la quantité d'eau présente au départ, la phase de séchage aura une durée variable [EVR 08]. Là encore, la mise en œuvre est un point important. Evrard mesure des durées de séchage respectives de 19 jours pour un mélange en vrac ($\rho_{A0-B} = 309 \pm 3 \text{ kg.m}^{-3}$) et de 33 jours pour un mélange tassé ($\rho_{A0-B} = 470 \pm 3 \text{ kg.m}^{-3}$) sous atmosphère contrôlée (23°C, 65% HR). En conditions extérieures, il faut compter environ 3 mois de séchage pour atteindre un équilibre hydrique avec l'environnement extérieur. L'auteur note qu'environ 91% de l'eau apportée au mélange est évaporée lors du séchage.

L'influence du compactage sur les propriétés de prise et de séchage du béton de chanvre est décrite par Cerezo [CER 05]. L'auteur observe un ralentissement de ces deux processus lorsque la contrainte de compactage augmente en raison de la diminution de la porosité macroscopique associée, et donc du réseau capillaire. L'eau aurait donc plus de difficultés à être évacuée et le CO_2 à générer la carbonatation de la chaux aérienne.

Nguyen [NGU 09-1] observe une évacuation de l'eau libre plus lente quand on augmente le compactage (cf. Figure I. 2). A 28 jours, la masse des éprouvettes testées est stable. Néanmoins, l'atmosphère de conservation choisie (20°C, 75% HR) est plus humide que la plupart des études qui ont été menées à 50% HR [CER 05, COL 08, CHA 08, EVR 08]. L'équilibre hydrique dans le matériau saturé en eau est de ce fait plus vite atteint. Cerezo [CER 05] précise que le choix de ce taux d'humidité a été effectué car une humidité trop faible ou trop forte empêche la carbonatation de s'effectuer correctement.

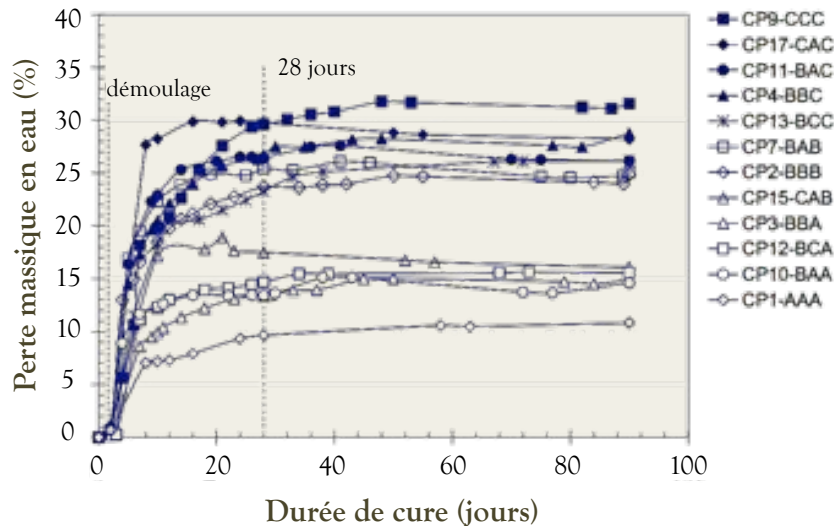


Figure I. 15. Evolution de la masse d'éprouvettes de BCC compactées au cours du temps sous une atmosphère à 20°C et 75% H_R [NGU 09-1]

II.3. PROPRIETES HYGROTHERMIQUES

Après l'étape de séchage des BCC, nous avons vu que la quantité d'eau contenue dans le matériau continue de varier en fonction de l'environnement (cf. Erreur ! Source du renvoi introuvable.). Cette variation est générée par des paramètres intrinsèques au matériau et influe aussi bien sur la gestion de l'humidité que sur les performances thermiques. Le comportement du matériau BCC est alors décrit de façon transitoire par des équations d'état hygrothermiques [CHA 04].

II.3.1. Les différents états de l'eau

Les propriétés hydriques des BCC après séchage, gouvernées par le réseau de pores, sont de deux types [HUS 08]:

- ✎ Le comportement par rapport à l'eau en phase vapeur ;
- ✎ Le comportement par rapport à l'eau en phase liquide.

Le réseau poreux détaillé au §II.2.2 constitue une des caractéristiques essentielles du comportement des BCC et va permettre les échanges entre l'intérieur et l'extérieur d'un bâtiment. C'est notamment le cas des transferts et du stockage d'humidité dans le matériau qu'Evrard [EVR 08] décrit en quatre étapes (cf. Figure I. 16). En fonction de l'humidité relative $HR(\%)$, caractérisant le degré d'humidité d'une ambiance à une température donnée, le matériau va contenir une quantité plus ou moins importante d'eau. L'hygrométrie relative peut être définie comme la fraction de vapeur réellement présente dans l'air pour une température donnée, créant une pression de vapeur P_v , par rapport à la quantité totale de vapeur que peut contenir l'air sous cette même température, représentée la pression de vapeur saturante P_{vs} .

$$HR = 100 \cdot \frac{P_v}{P_{vs}}$$

Eq. I. 2.

Plus la température est élevée, plus la pression de vapeur saturante P_{vs} est importante et plus la quantité de vapeur que pourra contenir l'air est grande. C'est ce qui explique l'humidité plus importante observée dans les zones tropicales et l'air sec des zones froides.

Dans les milieux poreux, comme les matériaux cimentaires ou les végétaux, l'eau est présente de trois manières différentes :

- ❧ **L'eau capillaire qui obéit aux lois de la capillarité** (lois de Jurin et Kelvin): Il s'agit de l'eau dite libre qui circule aussi bien dans les porosités internes au liant et aux particules végétales. Cette eau n'influence pas la stabilité dimensionnelle ou les performances mécaniques du bois;
- ❧ **L'eau physiquement adsorbée** : Elle dépend des forces de Van Der Waals et des liaisons hydrogène formées avec les hydrates et minéraux du liant et avec la cellulose et les hémicelluloses des parois cellulaires. Au maximum 5 couches moléculaires d'eau peuvent être adsorbées ;
- ❧ **L'eau liée chimiquement lors de l'hydratation du liant** : Elle est intégrée à la structure des hydrates cimentaires et n'est libérée qu'au dessus de leur température de décomposition.

II.3.2. Stockage de l'eau en fonction de l'hygrométrie

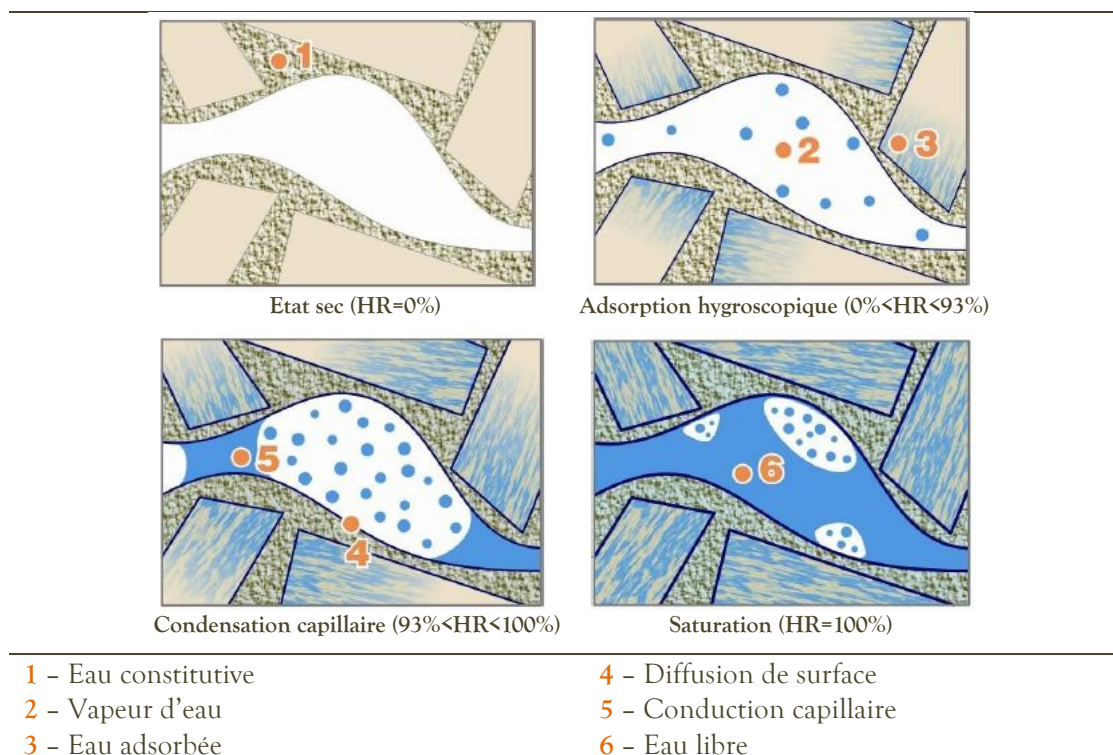


Figure I. 16. Etapes de transfert d'humidité dans la structure du BCC (composition mur) en fonction de l'hygrométrie [EVR 08]

La condensation capillaire est un phénomène physique permettant d'expliquer comment un matériau poreux initialement en équilibre hydrique avec le milieu extérieur se remplit peu à peu d'eau liquide lorsque l'on augmente HR de manière isotherme. Restagno [RES 00] explique que si l'espace entre deux plaques parallèles d'un matériau quelconque est suffisamment petit, un changement de phase de l'eau présente sous forme de vapeur conduit à une condensation le long des parois. Dans un capillaire, le rayon en dessous duquel l'eau se condense est calculé à partir de la loi de Kelvin:

$$r = - \frac{2 \gamma_{LG} \cos \theta}{H_R R \cdot T \cdot \rho_{eau}} \quad \text{Eq. I. 3.}$$

- ℳ γ_{LG} : tension de superficielle liquide/vapeur d'eau (0,075 kg.s⁻²)
- ℳ θ : angle de contact ($< \pi/2$)
- ℳ r : rayon du capillaire
- ℳ R : constante des gaz parfaits (8,314 J.mol⁻¹.K⁻¹)

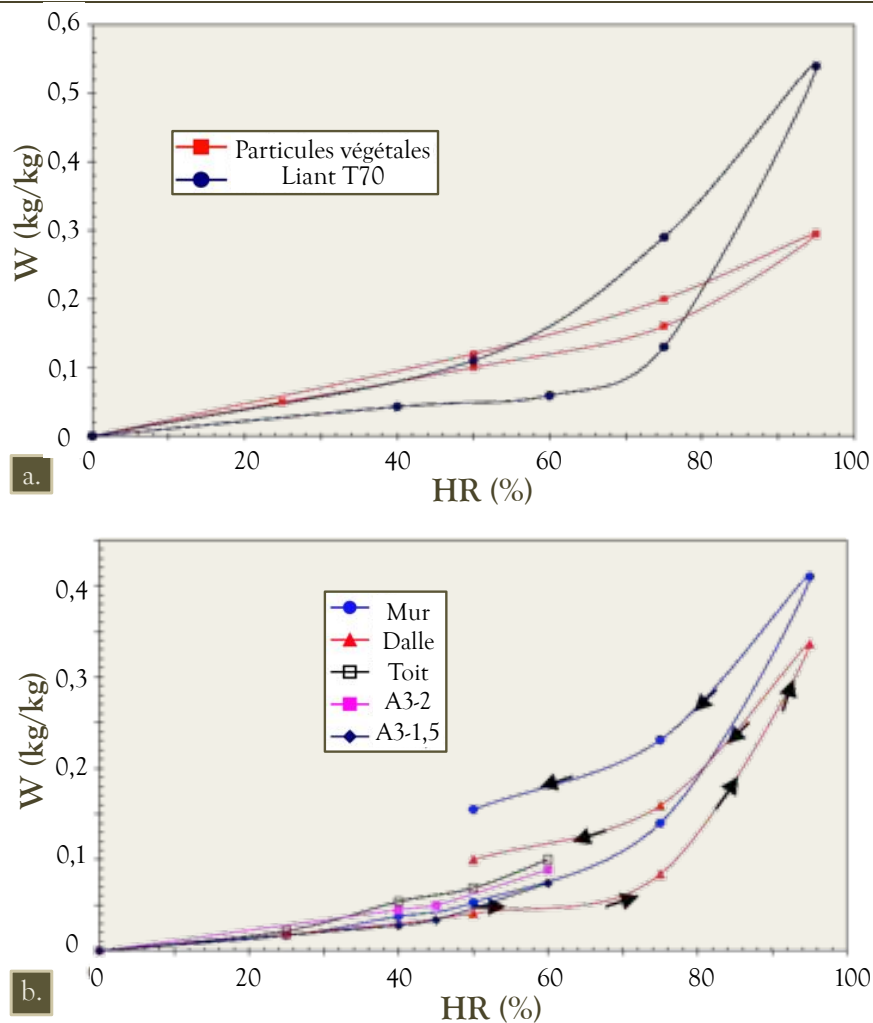


Figure I. 17. Courbes de sorption/désorption du liant PF 70, de la chènevotte (a) et de plusieurs formulations de BBC (b) [CER 05]

La détermination des isothermes de sorption et désorption est le moyen le plus couramment employé pour caractériser les phénomènes de condensation capillaire. Ils indiquent la teneur en eau massique du BCC en fonction du taux d'humidité relative H_R pour une température donnée. Elles ont été établies lors de diverses études à 20°C [CER 05, EVR 06] et à 23°C [COL 08, CHA 08] pour différentes formulations. Ces courbes sont déterminées en régime permanent et ne décrivent donc pas les mécanismes transitoires sur lesquels agissent les conditions extérieures (température, humidité...), qui sont eux défini par la diffusivité hydrique. Elles permettent cependant de relier les tailles de pores caractéristiques du matériau et la gestion de l'eau libre et liée mécaniquement dans les capillaires. Les résultats de Cerezo (cf. Figure I. 17) montrent que les BCC ont un comportement intermédiaire en sorption/désorption entre le liant et les particules végétales qui les composent. Ce type de mesure a été réalisé pour d'autres bétons lignocellulosiques comme les bétons de bois [BOU 99].

II.3.3. Propriétés thermiques

La conductivité thermique λ_T [$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$] d'un matériau caractérise sa capacité à transmettre la chaleur par conduction. C'est classiquement la caractéristique thermique la plus déterminée pour les matériaux isolants car il s'agit d'un paramètre intrinsèque au matériau, qui dépend donc uniquement de sa structure et sa composition. C'est également le cas pour le béton de chanvre pour lequel ce paramètre a fait l'objet d'études récurrentes [HUS 08]. Pour ce matériau, la conductivité thermique est typiquement comprise entre 0,06 et 0,2 $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, en fonction de la formulation.

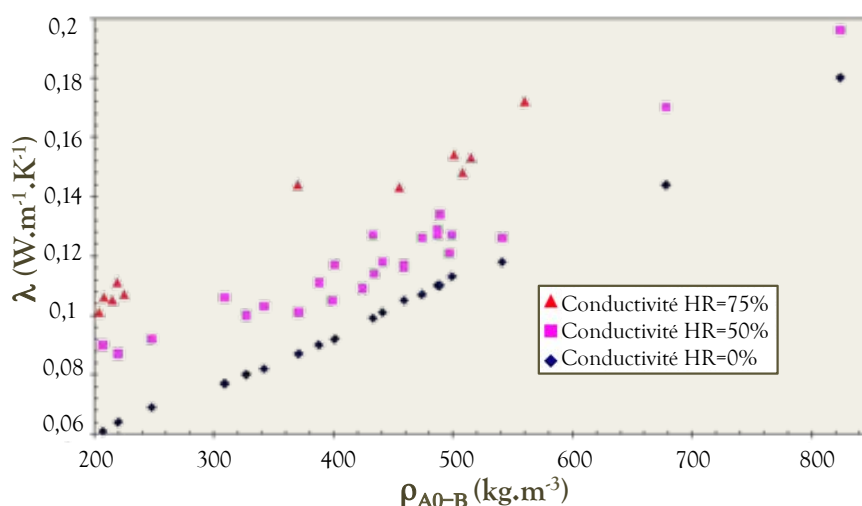


Figure I. 18. Influence de l'humidité relative à 20°C et de la masse volumique sur la conductivité thermique λ de la formulation mur du béton de chanvre soumis à HR=50% et HR=75% [CER 05]

L'ensemble des auteurs [CER 05, EVR 08, MAG 10, TRA 10] s'accorde à dire concernant les BCC que leur conductivité thermique λ_T augmente en même temps que la masse volumique ρ_{A0-B} et l'humidité relative HR de l'ambiance (cf. Figure I. 18).

L'importante porosité des BCC entraîne une augmentation très importante de λ_T lorsque l'on tend vers une ambiance saturée qui initie une condensation capillaire (cf. Figure I. 16).

Magniont [MAG 10] observe la même relation linéaire entre la conductivité thermique et la masse volumique pour le chanvre mais également pour une autre ressource lignocellulosique, la moelle de tige de tournesol. Les valeurs que mesure l'auteur sont par ailleurs indépendantes du type de ressource.

Un autre paramètre influent semble être le compactage appliqué aux mélanges. En effet, les travaux de Nguyen montrent qu'il induit une anisotropie de structure et de propriétés [NGU 10] (cf. Figure I. 19). Ainsi la conductivité thermique est plus grande dans la direction perpendiculaire au compactage ($\lambda_{T\perp}$) que dans la direction parallèle au compactage ($\lambda_{T\parallel}$). La relation de linéarité comportementale avec la masse volumique est cependant vérifiée dans ces deux directions d'analyse prises séparément. Si l'on considère un mur, il est plus intéressant en terme d'isolation d'utiliser ces bétons compactés en prenant la direction de compactage comme horizontale.

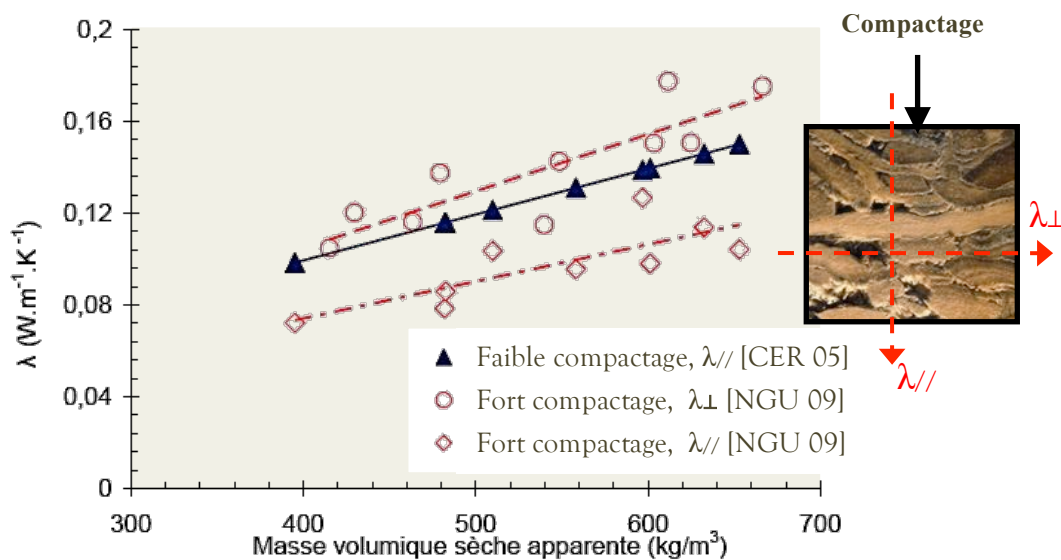


Figure I. 19. Conductivité thermique mesurée en fonction de la masse volumique sèche des BCC dans le cas de bétons faiblement compactés [CER 05] et fortement compactés [NGU 09-1]. Influence d'une mesure de conductivité thermique effectuée parallèlement et perpendiculairement au compactage.

D'autres grandeurs physiques (cf. Tableau I. 11) reliées aux transferts de chaleur sont influencées par la présence d'eau. C'est le cas notamment de la capacité thermique massique ou chaleur spécifique c_T ($\text{J.K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$) qui caractérise l'aptitude d'un matériau à stocker et restituer de l'énergie sous forme de chaleur. La capacité thermique augmente aussi en même temps que l'humidité relative car elle dépend de λ_T [EVR 08]. Deux autres grandeurs sont directement reliées à la conductivité thermique et à la capacité thermique massique d'un matériau. Il s'agit de la diffusivité thermique a_T ($\text{m}^2.\text{s}^{-1}$) et de l'effusivité thermique e_T ($\text{J.K}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{s}^{-1/2}$). Elles expriment respectivement la capacité d'un matériau à

transmettre une variation de température et à échanger de l'énergie thermique avec son environnement. L'effusivité thermique des matériaux de construction pourrait ainsi jouer un rôle très important dans les effets de parois chaude/paroi froide [WAS 12]. Les BCC possèdent une faible effusivité, au même titre que le bois, qui favorise notamment le confort d'hiver. Cela reste néanmoins une notion subjective qui reste pour le moment cantonnée au travail des architectes et designers.

Tableau I. 11. Grandeurs physiques caractérisant les transferts de chaleur

Grandeur	Symbole	Formule	Unité
Conductivité thermique	λ_T	-	$[\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}]$
Capacité thermique massique	c_T	$c_T = \lambda_T / (\rho_A \cdot a_T)$	$[\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}]$
Diffusivité thermique	a_T	$a_T = \lambda_T / (\rho_A \cdot c_T)$	$[\text{m}^2.\text{s}^{-1}]$
Effusivité thermique	e_T	$e_T = \sqrt{\lambda_T \cdot \rho_A \cdot c_T}$	$[\text{J.K}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{s}^{-1/2}]$

La conductivité thermique et la capacité thermique massique constituent les deux grandeurs fondamentales qu'il est nécessaire de caractériser. Toutes deux augmentent en fonction de l'humidité présente au sein du matériau. On comprend donc mieux l'intérêt de prendre en compte les courbes de sorption-désorption ainsi que les données climatiques locales. Ainsi, l'humidité relative HR est généralement plus basse en hiver du fait des températures plus froides (cf. Eq. I. 2), conduisant à une diminution de la conductivité thermique λ_T et de la capacité thermique massique c_T .

II.3.4. Bilan sur les propriétés hygrothermiques des BCC

Les propriétés hydriques de matériaux poreux comme le béton de chanvre nécessitent une caractérisation poussée puisque ce sont elles qui vont permettre l'apport d'une inertie hydrique et une régulation de l'humidité dans l'enveloppe du bâtiment [WOL 07]. Or l'humidité présente dans une pièce est un facteur prédominant dans la sensation de confort que peuvent ressentir ses occupants [FAN 98]. Ces propriétés des matériaux de construction devraient donc être prises en compte en complément des propriétés thermiques, et ce de façon couplée puisqu'elles sont physiquement liées [TRA 10]. A l'exception de la conductivité thermique, les propriétés hygrothermiques ne sont que très peu prises en compte lors du choix d'un matériau. Pourtant, des études montrent leur impact sur le confort dans l'habitat de manière physique [EVR 08, TRA 10] ou beaucoup plus subjective [FAN 98, WAS 12]. Très peu de données sont en revanche disponibles sur l'influence d'une orientation des particules sur les propriétés hygrothermiques finales du matériau [NGU 09-1].

II.4. PROPRIETES MECANQUES

Etant donné la grande porosité des bétons de chanvre décrite au §II.2 et l'utilisation de liant à base de chaux, leur point de faiblesse est incontestablement la résistance mécanique. Ceci explique qu'à l'heure actuelle, ils ne soient pas utilisés comme matériau porteur [CEC 09]. Néanmoins, la tendance actuelle est à l'élaboration de formulations et méthodes de mise en œuvre qui permettront à terme sa certification comme porteur [BUT 04, NGU 09-1, MAG 10]. Dans le cadre de cette synthèse, le choix a été fait d'exposer majoritairement des résultats de résistance en compression R_C . En effet, les études menées jusque là montrent des corrélations importantes de cette grandeur avec la résistance en flexion du matériau R_F . Des parallèles pourront cependant être faits avec le module d'Young E .

II.4.1. Comportement en compression

Pour Cerezo [CER 05], le comportement du béton de chanvre peut être considéré comme élastique pendant la première partie de la compression (I-Zone élastique, cf. Figure I. 20). En considérant l'hypothèse des petites déformations comme valable, elle définit le module d'élasticité E comme la pente à l'origine de la courbe contrainte/déformation $R_C=f(\epsilon)$ et le coefficient de Poisson ν comme le rapport entre la déformation radiale $\epsilon_{\text{radiale}}$ et la déformation axiale ϵ_{axiale} .

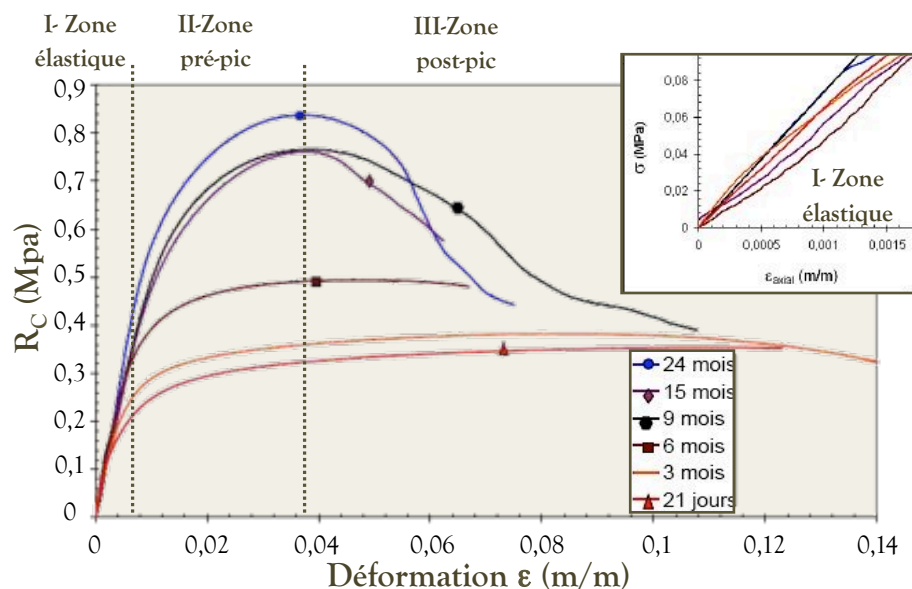


Figure I. 20. Evolution dans le temps du comportement mécanique en compression du BCC A4-1,5 [CER 05]

Ce même auteur décrit le comportement du BCC après la partie élastique comme non-linéaire. Il observe une inflexion progressive de la courbe contrainte/déformation qu'il explique par une fissuration progressive de la matrice de liant jusqu'à rupture (II-Zone pré-pic). Après le pic de contrainte (III- Zone post-pic), le liant serait totalement

détérioré et l'effort reporté essentiellement sur les particules végétales. Cette observation est effectuée sur des bétons âgés d'au moins 6 mois.

Le comportement est quelque peu différent au jeune âge (cf. Figure I. 20). Le matériau est alors nettement plus déformable et il n'est pas possible de distinguer un pic de contrainte, celui-ci étant noyé dans le palier ductile. Cerezo [CER 05] attribue cette différence au réseau d'hydrates qui n'est pas encore connecté au jeune âge. Le comportement serait alors majoritairement imposé par les particules de chènevotte.

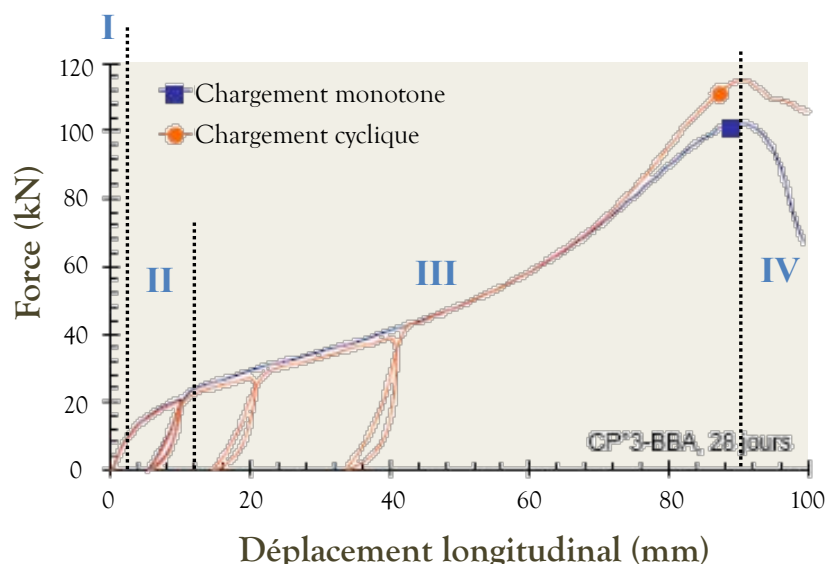


Figure I. 21. Comportement en compression du béton BBA à 28 jours divisé en 4 phases distinctes [NGU 09-1]

Nguyen [NGU 09-1] effectue lui aussi une étude du comportement mécanique à 28 jours mais pour des bétons ayant subi une forte compaction (cf. Figure I. 21). Il décrit leur comportement selon 4 phases distinctes :

- ✂ **Zone I** : Comportement homogène élastique ;
- ✂ **Zone II** : Zone élasto-plastique. Endommagement de la matrice du liant et/ou de l'interface entre les particules de la chènevotte et la matrice ;
- ✂ **Zone III** : Répartition des contraintes dans les particules de la chènevotte et début de leur compaction (fermeture des capillaires dans les particules). Très grande déformation ;
- ✂ **Zone IV** : Eventuellement rupture de l'éprouvette.

II.4.2. Influence du dosage en liant

En fonction du dosage en liant, Cerezo [CER 05] définit trois comportements mécaniques (cf. Figure I. 22) :

- ✂ **Dosage en liant faible (toit)** : Le matériau se comporte comme un empilement de particules reliées entre elles par des « ponts » rigides de liant ;

- ✎ **Dosage en liant intermédiaire (mur):** Le matériau est composé de particules entourées de couches plus ou moins épaisses d'hydrates ;
- ✎ **Dosage en liant fort (enduit):** les particules sont noyées dans la matrice liante qui est continue et détermine les propriétés mécaniques du composite.

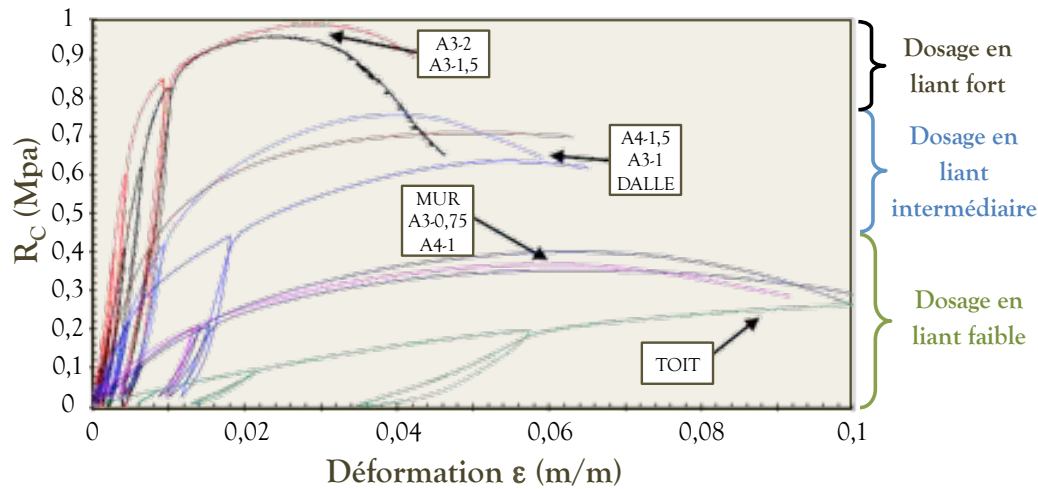


Figure I. 22. Influence du dosage en liant sur la résistance en compression du béton de chanvre mis en forme par compaction (0,05MPa) après 1 an de prise [CER 05]

Il est communément admis que plus le dosage en liant est important, plus les propriétés mécaniques finales seront importantes (cf. Figure I. 22). De manière générale, plus le dosage en liant augmente, plus le comportement mécanique du matériau se rapproche de celui, fragile, du liant. En revanche, pour une formulation fortement dosée en végétal comme la formulation toit, la déformabilité du matériau est extrêmement importante, d'où la présence d'un palier ductile étendu.

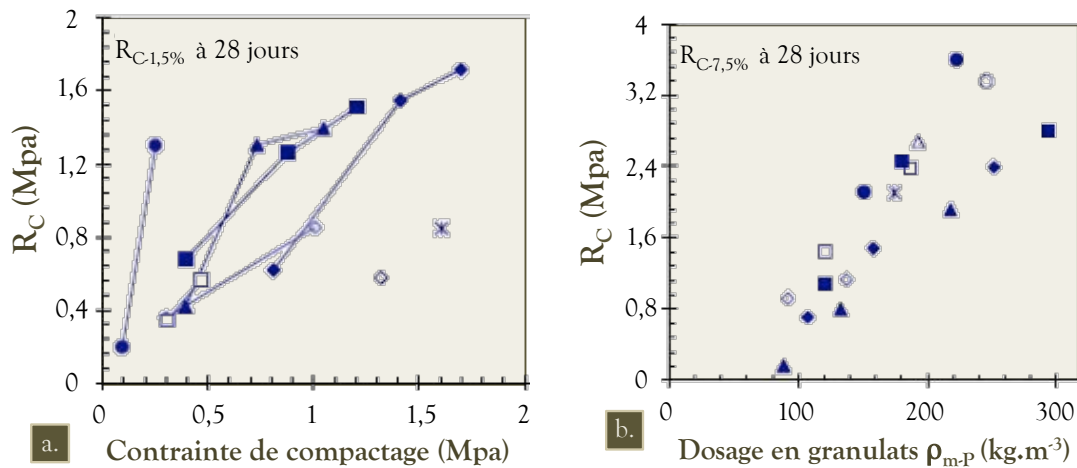


Figure I. 23. Evolution de la résistance en compression à 28 jours lors d'une mesure à 1,5% de déformation et 7,5% de déformation respectivement en fonction de la contrainte de compactage (a) et en fonction du dosage en granulats (b) [NGU 09-1]

L'observation faite par Nguyen pour des BCC fortement compactés va néanmoins à l'encontre des remarques faites par Cerezo (cf. Figure I. 23b). Peu importe la masse volumique du béton frais et le rapport E/L, il observe une augmentation de la résistance en compression à 7,5% de déformation lorsque la quantité de granulats augmente. Cette tendance est cependant moins nette pour le module d'Young [NGU 09-1]. L'auteur oublie toutefois de préciser que dans le même temps la masse volumique sèche des bétons ρ_{A0-B} augmente (cf. Tableau I. 10), or la résistance mécanique des BCC est directement liée à ρ_{A0-B} (cf. Figure I. 24).

Il faut souligner que plus la quantité de granulats est importante, plus la force de compactage à appliquer s'accroît. Or Nguyen observe également une augmentation de la résistance en compression avec la contrainte de compactage (cf. Figure I. 23a), au même titre que Cerezo dans une précédente étude [CER 05, ARN 12]. Dans l'étude de Nguyen, on a cependant déterminé de manière théorique que les niveaux de compaction induisaient nécessairement un écrasement des particules de chènevotte (§II.1.1). Autrement dit, l'augmentation de la résistance est due non seulement à la réorganisation des particules mais également à la diminution de la porosité intra-particulaire qui induit une augmentation de la masse volumique. Si le dosage massique en granulat augmente, le dosage volumique lui, n'augmente pas forcément.

II.4.3. Quels paramètres mécaniques pour une comparaison ?

En fonction du dosage, des paramètres de mise en œuvre, de la durée et des conditions de séchage, les comportements des BCC vont donc être très différents. Pourtant, aucun consensus n'existe quand à la mesure de R_{C-MAX} ou d'un autre paramètre caractéristique de la résistance en compression. Par ailleurs, la contrainte maximale est souvent atteinte pour des valeurs de déformation incompatibles avec un usage dans le bâtiment. Ainsi, Elfordy et al. [ELF 08] prennent en considération la contrainte limite élastique R_{C-EL} plutôt que la contrainte maximale. De la même manière, Nguyen choisit de prendre en compte R_C pour 1,5 et 7,5% de déformation. Cerezo [CER 05] et Arnaud et al. [ARN 12] choisissent de retenir R_{C-MAX} , sans prendre en compte la forte déformabilité du matériau.

De manière générale, tous les auteurs s'accordent à dire qu'il existe une relation linéaire entre la résistance à la compression R_C et la masse volumique sèche ρ_{A0-B} [CER 05, ELF 08, NGU 09-1, MOU 09] (cf. Figure I. 24), au même titre que la conductivité thermique. Cette relation s'explique par la plus grande compacité des mélanges, une quantité de liant plus importante, un empilement granulaire plus optimisé ou un écrasement particulaire plus marqué (cf. Figure I. 23a). Cette considération n'est toutefois valable que si le liant reste identique [DEB 09, ARN 12].

Les résultats obtenus avec des méthodes de mise en forme manuelle présentent une variabilité importante même si ils suivent globalement la relation de linéarité R_C/ρ_{A0-B} . Il en est de même pour la projection en voie sèche de BCC, avec une dispersion plus

importante (cf. Figure I. 24). Elfordy [ELF 08] explique cette variation en soulignant l'influence de la distance de projection et de la zone de prélèvement des échantillons projetés.

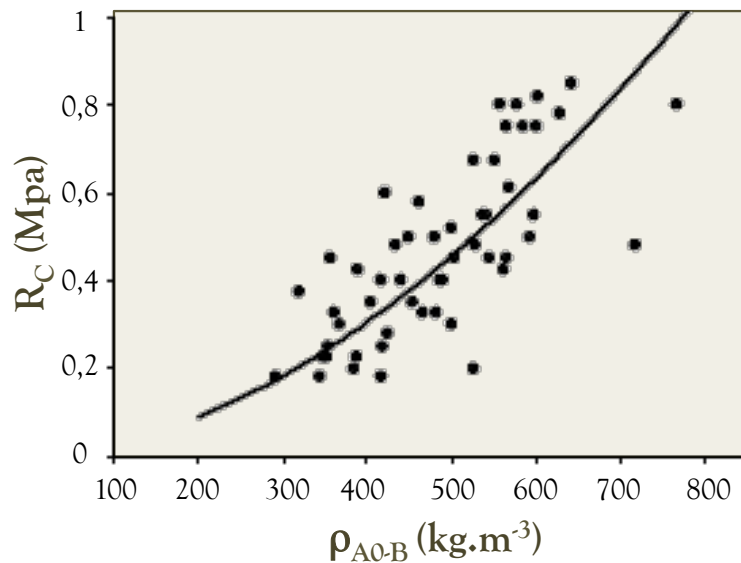


Figure I. 24. Relation entre résistance en compression et masse volumique apparente ρ_{A0-B} dans le cas d'une mise en forme par projection [ELF 08]

La plupart des travaux menés sur la résistance en compression des BCC, que ce soit en projection [ELF 08], par compactage [CER 05, NGU 09-2, ARN 12] ou banchage [DEB 09], sollicitent les éprouvettes dans leur direction de mise en forme. A l'heure actuelle, les seules études qui s'intéressent à la compression dans la direction perpendiculaire à l'effort de compactage ont été menées par Mounanga et al. [MOU 09] et le CSTB [HUS 08]. Le problème est cependant abordé pour des matériaux projetés ou vibrés dont l'anisotropie est moins marquée que dans le cas d'un matériau fortement compacté. L'étude de Mounanga et al. reportent les valeurs de $R_{C\text{MAX}}$ et du module d'Young E sans préciser pour quelles déformations cette contrainte est atteinte ni la méthode de mesure du module. Les résultats démontrent néanmoins une diminution significative des résistances mécaniques lorsque l'on sollicite le matériau en compression orthogonalement à la direction de mise en forme. Une réserve doit être émise quant à la comparabilité des résultats qui sont obtenus avec des formulations et des mises en forme différentes. Les résultats de l'étude du CSTB [HUS 08] rapportent une résistance $R_{C\text{MAX}}$ équivalente dans les deux directions de sollicitation des BCC. En revanche, le comportement dans la direction orthogonale s'avère beaucoup plus fragile et rigide, une rupture nette se produisant juste après le pic de contrainte.

Ces études montrent que des **mises en forme par projection, banchage ou compactage** induisent une **isotropie transverse du matériau**, les particules formant des strates. Le comportement mécanique du matériau est dès lors affecté et nécessite une étude plus approfondie.

II.4.4. Vers l'étude d'un composite stratifié

Le travail de Nguyen [NGU 09-1, NGU 09-2] sur les BCC met en évidence plusieurs points importants concernant l'intérêt du compactage. Tout d'abord, et contrairement aux études précédentes, plus la quantité de végétal est importante, meilleures sont les résistances mécaniques. Cette observation est par ailleurs globalement vérifiée quelque soit le paramètre observé, à savoir la résistance en compression R_C , la résistance en flexion ou le module d'Young E . L'observation de la microstructure de ces BCC compactés permet de voir qu'il existe un joint de liant très mince entre les particules de chènevotte (cf. Figure I. 25). Ces joints restent minces car les formulations élaborées possèdent de faibles rapports L/G qui les situent avec formulations toits (cf. Figure I. 11). Les différences fondamentales entre ces formulations compactées et les formulations toits classiques sont en fait l'absence de vides inter-particulaires et l'écrasement partiel des particules. On peut qualifier ces **BCC de précontraints**.

D'autre part, les expérimentations de Nguyen soulignent une augmentation des performances mécaniques lorsque la taille du granulat augmente. Il attribue cette augmentation à une surface interfaciale plus faible entre le granulat et le liant diminuant les problèmes de compatibilité. Cette observation a également été effectuée lors d'une étude de l'ENTPE¹⁵ [HUS 08] qui précise qu'il faudrait également s'intéresser au facteur de forme des particules. En effet, si l'on souhaite réarranger l'empilement granulaire de façon à optimiser les interfaces, l'élongation des particules pourrait jouer un rôle important en augmentant l'enchevêtrement et les surfaces de frottement à la manière de fibres (cf. Figure I. 25).

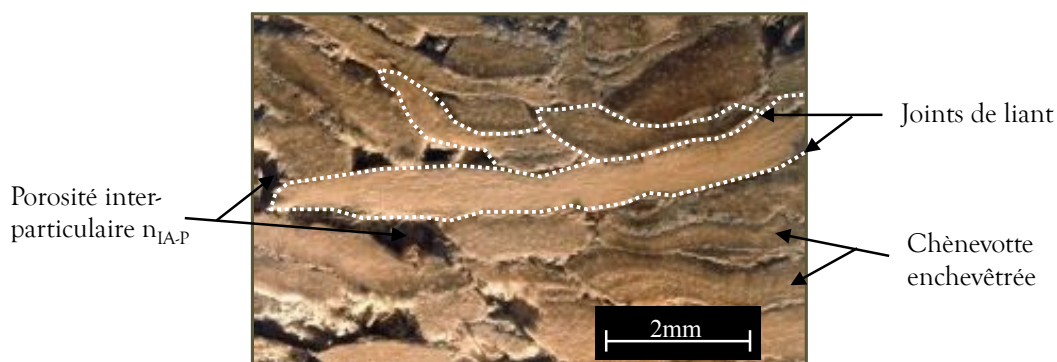


Figure I. 25. Structure macroscopique du béton de chanvre ABB fortement dosé en végétaux et compacté [NGU 09-1]

C'est la remarque que font Arnaud et al. [ARN 12] qui ont comparé trois types de chènevotte dont une nettement plus fine qui génère un empilement granulaire comprenant moins de vides inter-particulaires. Ils observent dans le BCC contenant une chènevotte fine des résistances mécaniques plus faible après un mois mais plus élevées après 4 mois. Ayant utilisé un liant contenant 75% de chaux aérienne, ils attribuent cette augmentation tardive des résistances mécaniques à la difficulté de diffusion du CO_2

¹⁵ ENTPE : Ecole Nationale des Travaux Publics d'Etat

nécessaire à la carbonatation dans une structure contenant moins de macro-porosité. Ils justifient les meilleures performances de ce BCC atteintes à long terme par un meilleur recouvrement par le liant des particules de chènevotte fines lors du malaxage. La **surface spécifique des granulats** pourrait donc être un paramètre important.

Au final, cette structure de particules enchevêtrées s'apparente aux panneaux de particules. Ces produits, mélanges de particules lignocellulosiques et de colle polymère, sont en général mis en forme par des procédés de thermoformage ou de compactage. Leur résistance mécanique est apportée par les particules, la colle ayant pour rôle de les maintenir entre elles afin d'assurer la continuité des contraintes. C'est donc vers ce type de matériaux que l'on s'oriente en augmentant la quantité de végétaux dans les bétons lignocellulosiques. Néanmoins, à contrario des panneaux de particules, l'épaisseur mise en jeu dans les agrobétons, s'ils sont destinés à l'élaboration de murs, est généralement plus importante. Or la littérature [CER 05, NGU 09-1] relate des problèmes d'homogénéité lorsque les couches compactées dépassent 8 cm.

II.4.5. Bilan sur les propriétés mécaniques des BCC

Le fait de compacter et donc de réarranger des particules végétales aux propriétés anisotropes semble être un moyen de les solliciter différemment. Une étude des propriétés en compression dans le sens perpendiculaire au compactage, permettant la sollicitation des particules dans leur direction de plus grande rigidité, doit être menée. Cette configuration implique cependant l'augmentation des forces de cisaillement à l'interface particule/matrice, qui reste à l'heure actuelle un point de faiblesse du matériau. Il convient dès lors d'améliorer l'interaction du liant avec le végétal en limitant la surface spécifique du granulat, en modifiant le liant ou le granulat. Les différentes études menées sur la granulométrie des particules [NGU 09-1, ARN 12] concluent en effet qu'un granulat plus grossier, favorisant l'enchevêtrement et le recouvrement particulaire par le liant, conduit à de meilleures propriétés mécaniques.

Effectuer un lien entre tous ces points nécessite toutefois une transition et un nouveau regard sur les BCC. Leur étude doit désormais prendre en compte le point de vue de l'élaborateur de matériaux composites qui s'intéresse à la science des interfaces complexes.

CHAPITRE II: DIAGNOSTIQUER ET COMPRENDRE L'INTERFACE LIANT/BOIS

I. LES PROCESSUS D'ADHESION

Avant toute chose, il est essentiel de comprendre que la création d'une interface digne de ce nom dans un matériau composite, quelque soit sa nature, passe par la création de forces d'adhésion entre ses constituants. Une excellente adhésion initiale n'est toutefois en aucun cas un gage de qualité de l'interface du matériau à l'équilibre, c'est à dire une fois qu'il a atteint ses propriétés d'utilisation. Il s'agit cependant d'un prérequis indispensable.

A ce jour, il existe peu d'études s'intéressant à l'adhésion entre un liant minéral et une matière lignocellulosique [COU 84, FRI 08]. Néanmoins, de plus nombreux travaux concernent l'adhésion de mortiers avec un support poreux d'un côté et de particules lignocellulosiques avec une matrice polymère de l'autre. Les paragraphes qui suivent sont l'occasion d'en donner une synthèse.

I.1. QU'EST-CE QUE L'ADHESION ?

Le terme adhésion a été défini de nombreuses fois et peut présenter certaines ambiguïtés. Ainsi, certains auteurs se sont attachés à décrire l'adhésion comme l'attraction entre des substances ou des matériaux. Vick [VIC 99] définit l'adhésion comme l'état dans lequel deux surfaces sont maintenues ensemble par des forces interfaciales. Walinder [WAL 00] emprunte la même définition mais ajoute que l'adhésion peut aussi décrire la force nécessaire à séparer ces deux surfaces. Pour Frihart [FRI 05], il s'agit seulement de l'interaction d'un adhésif sur la surface d'un substrat et elle ne doit pas être confondu avec une propriété mécanique telle qu'une force de liaison. Il définit trois étapes déterminantes nécessaires à l'amélioration de l'adhésion :

- ✂ **Préparation de la surface** (mécanique, chimique...);
- ✂ **Interaction moléculaire** entre l'adhésif et le substrat ;
- ✂ **Solidification de l'adhésif** et maintien de l'adhésion.

Frihart [FRI 05] précise également que l'étude de l'adhésion requiert une analyse multi-échelles : millimétrique, micrométrique et nanométrique. Ces échelles correspondent souvent à différentes théories ayant vu le jour. Six théories principales concernant l'adhésion ont été répertoriées dans divers états de l'art [NAR 03, GAR 08] et ont fait l'objet de recherches séparées ou couplées :

- ✂ L'accroche mécanique;
- ✂ La théorie de la mouillabilité ou l'adsorption de surface ;
- ✂ La théorie de la diffusion de matière;
- ✂ La théorie de l'attraction électrostatique ou électronique;
- ✂ La théorie des interphases ou des couches limites;
- ✂ La théorie des liaisons chimiques (covalentes).

Plusieurs auteurs [COU 84, VIC 99, GAR 08] soulignent que ces mécanismes peuvent être classifiés en deux catégories principales :

❧ **Théories de l'enchevêtrement et de l'interpénétration** : elles s'intéressent à la capacité de l'adhésif à pénétrer dans la structure de l'adhérent. Une surface poreuse comme celle du bois offre de nombreuses possibilités d'interpénétration. La **mouillabilité de la surface** et la **viscosité de l'adhésif** vont être des éléments déterminants pour satisfaire cette interpénétration. Dans le cas de matériaux granulaires comme les BCC ou les panneaux de particules, l'enchevêtrement des granulats et les points d'accroches tels que les fibres résiduelles vont ajouter à l'**accroche mécanique**;

❧ **Théories des forces de valence, des charges** : ces théories ne s'appliquent que lorsqu'il y a un contact direct entre l'adhésif et l'adhérent. Elle concernent des échelles moléculaires voire atomiques et traitent des **forces de valence** (liaisons de type Van Der Waals, Hydrogène, Acide/base, covalente).

Certaines théories, comme celle de la mouillabilité, sont à cheval sur ces deux catégories, le mouillage dépendant des forces d'attractions entre l'adhésif et l'adhérent mais aussi de la rugosité de la surface. Un organigramme simple est proposé en Figure I. 26.

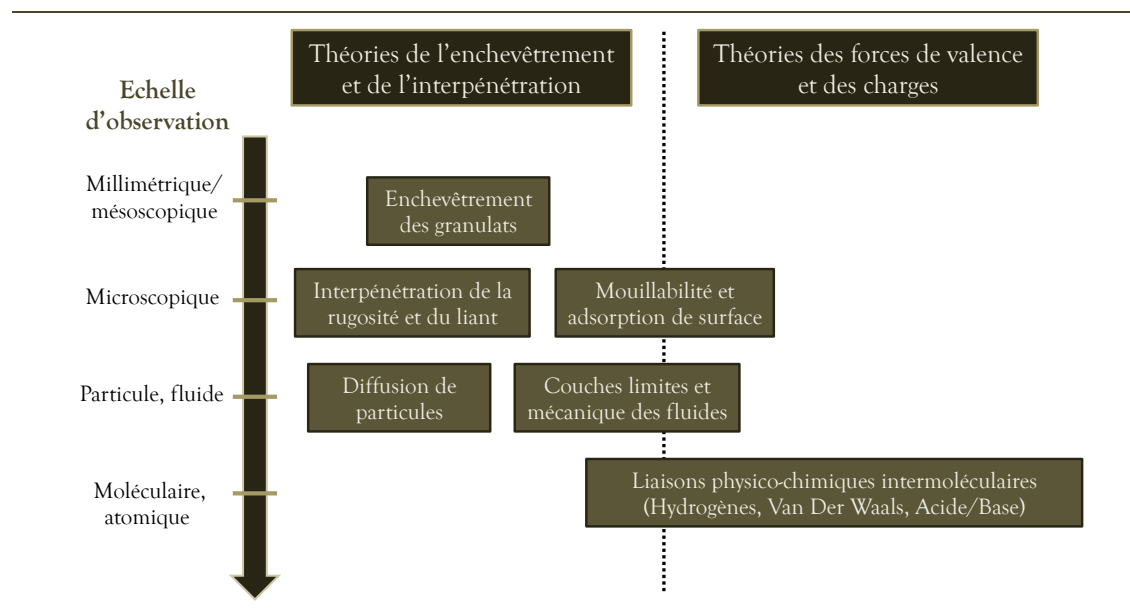


Figure I. 26. Diagramme classant les théories de l'adhésion en fonction de leur catégorie et de leur échelle d'application.

Au final, une interprétation basée uniquement sur une de ces théories dans des composites complexes comme ceux utilisant le bois s'avère limitée. Vick [VIC 99] décrit très bien cet état de fait :

« Pour maintenir deux adhérents de bois ensemble avec une force maximale, un adhésif liquide doit mouiller et s'étaler librement pour établir un contact intime avec chacune des surfaces. Les molécules de l'adhésif doivent diffuser sur et à l'intérieur de chaque surface pour rentrer en

contact avec la structure moléculaire du bois de manière à ce que les forces d'attraction intermoléculaires entre le bois et l'adhésif deviennent effectives ».

Le problème de l'adhésion entre le bois et des liants polymères a été largement traité dans des revues spécialisées mais aussi bon nombre d'ouvrages scientifiques [VIC 99, WAL 00, NAR 03, FRI 05, GAR 08]. Ces études ont servi à l'amélioration de produits composites issus du bois, majoritairement des matériaux de construction (lamellés collés, panneaux de particules...). Très peu cependant traitent de l'adhésion entre le bois et un liant minéral [COU 84].

Frihart [FRI 05] décrit le bois comme un matériau facile à coller en comparaison de la plupart de matériaux mais ajoute qu'il est difficile de créer une liaison durable. La forte hygroscopie de ce matériau [ROW 05], qui conditionne sa stabilité dimensionnelle mais également la qualité des liaisons qui lient à un adhésif, est souvent responsable d'une dégradation des interfaces bois/colle.

I.2. LES LIAISONS PHYSIQUES D'ATTRACTION

Les liaisons physiques qui sont susceptibles de se former entre un liant minéral et une particule de bois font uniquement partie des **liaisons secondaires**, par opposition aux interactions primaires fortes que sont les liaisons covalentes, ioniques et métalliques. Ces liaisons secondaires d'attraction sont de deux types : les **liaisons hydrogène** et les **liaisons de Van Der Waals**. De manière générale, les auteurs s'accordent pour dire qu'une bonne adhésion passe par une multiplication des types de liaisons physiques d'attraction [FRI 05, VIC 99].

I.2.1. Les liaisons hydrogène

Ce type de liaisons, les plus fortes parmi les liaisons secondaires, est très courant lors de la mise en contact de composés dits polaires [FRI 05]. La cellulose et les hémicelluloses sont notamment composés de groupements polaires hydroxyles, acides carboxyliques et esters. Ce sont ces groupements et les liaisons hydrogènes qui les unissent qui assurent notamment la cohésion interne du matériau bois. Ils sont également à l'origine de la forte aptitude hygroscopique du bois mais également de sa capacité à adsorber des adhésifs polymères, eux aussi fortement polaires [VIC 99].

D'autre part, les particules minérales offrent des groupements métalliques hydroxylés entre des groupements hydroxyles et des cations Ca^{2+} , Si^{4+} , Al^{3+} ... [COU 84]. L'établissement de liaisons hydrogène entre les particules minérales et végétales peut donc jouer un rôle majeur. La principale limitation des liaisons hydrogènes est leur aptitude à se rompre en présence d'eau [COU 84, FRI 05]. L'intégration de molécules d'eau se liant aux composés polaires du bois explique la chute des propriétés mécaniques, particulièrement la raideur, jusqu'au point de saturation des fibres (FSP¹⁶) lorsque

¹⁶ FSP : Fiber Saturation Point

l'humidité de ce matériau augmente. Coutts et Kightly [COU 84] soulignent que la formation de liaisons hydrogène et/ou de ponts hydroxyde jouent un rôle majeur dans les propriétés des composites bois/ciment. Plus l'humidité est importante, plus la capacité de déformation des composites est importante en raison de la chute des propriétés du bois.

1.2.2. Les liaisons de Van Der Waals

Ce sont les liaisons de base, ayant une très faible énergie de liaison, qui s'exercent entre deux corps situés à une distance courte l'un de l'autre. Les liaisons de Van Der Waals unissent aussi bien les grains de ciment en suspension dans le milieu interstitiel que les particules de ciment adsorbées en surface du granulat. Ces forces physiques d'attraction sont composées de deux types de liaisons intermoléculaires :

- ✎ les **forces de dispersion de London** : forces d'attraction les plus faibles qui s'exercent entre n'importe quel particules ;
- ✎ les **interactions dipole-dipole** : forces d'attraction qui s'exercent entre deux particules polarisées de charge opposée (cf. Potentiel Zeta Chapitre III : I.1.3.a);

I.3. LE MOUILLAGE DE SURFACES POREUSES ET HETEROGENES

Que ce soit dans le liant, dans les particules lignocellulosique ou à l'interface entre ces deux entités, les transferts d'eau par capillarité et diffusion dans la structure végétale vont jouer un rôle prépondérant. Néanmoins, ils ne pourront s'effectuer qu'après **mouillage de la surface végétale** par l'eau interstitielle contenue dans le liant.

L'aptitude à la **mouillabilité** d'une surface, donc la caractéristique principale s'avère être sa tension de surface γ_s , est une notion fondamentale dès lors que l'on souhaite obtenir l'adhésion d'un liquide (possédant une tension superficielle γ_l) sur cette surface. Dans le cas particulier d'une pâte cimentaire appliquée sur une particule végétale, le processus d'adhésion s'effectue principalement entre le liquide interstitiel et la surface du végétal.

La mouillabilité, nécessaire à tout processus d'adhésion, peut être abordée à deux échelles distinctes :

- ✎ **Les liaisons physiques intermoléculaires (cf. §1.2):** Le type de liaisons créées lors du mouillage d'une surface végétale par une solution aqueuse sont de deux type : hydrogène (liaisons -OH) et Van Der Waals (forces électrostatiques inter-particulaires).
- ✎ **Les mesures physiques (angle de contact, tensions superficielles et de surface):** elles décrivent physiquement l'expression des liaisons internes à chacun des milieux (tension superficielle pour le liquide et le solide) ainsi qu'à l'équilibre entre deux (Tensions de surface solide/liquide γ_{SL}) ou trois milieux (Loi de Young-Dupré définissant l'angle de contact).

I.3.1. Tension de surface, tension superficielle et tension interfaciale

Une molécule d'eau ou de tout autre liquide, lorsqu'elle est située au sein de ce liquide, est soumise à des forces de cohésion de type Van Der Waals s'exerçant de manière isotrope. En revanche, lorsque cette molécule se trouve à la limite entre l'air et le liquide, elle est dans un état d'énergie légèrement supérieur qui crée une contrainte de tension (exprimée en N.m^{-1} ou J.m^{-2}). Cette tension interfaciale entre liquide et gaz est appelée **tension superficielle** γ_{LG} . La tension superficielle de l'eau dans l'air à 20°C est par exemple $72,7 \cdot 10^{-3} \text{ N.m}^{-1}$. La surface d'un solide en contact avec un gaz est une instabilité du même type. Elle est appelée énergie de surface ou **tension de surface** γ_{SG} du solide.

La mise en contact d'un solide et d'un liquide ayant chacun une énergie de surface avec l'air ou tout autre gaz environnant crée un nouvel équilibre interfacial. Cet équilibre est un bilan énergétique entre la tension superficielle γ_{LG} , la tension de surface γ_{SG} et la **tension interfaciale** γ_{SL} . Une énergie d'adhésion appelée énergie de Dupré E_{DUPRE} (exprimée en N.m^{-1} ou J.m^{-2}) est dès lors définie:

$$E_{\text{DUPRE}} = \gamma_{\text{LG}} + \gamma_{\text{SG}} - \gamma_{\text{SL}} \quad \text{Eq. I. 4.}$$

I.3.2. Angle de contact et mouillabilité

I.3.2.a. Lois générales

Lorsque l'on dépose une goutte de liquide sur une surface solide lisse, elle subit un étalement plus ou moins important qui est la résultante des énergies de surfaces. Cette mouillabilité de la surface peut être définie par un **coefficient dit d'étalement** S [DEG 04]:

$$S = \gamma_{\text{SG}} - \gamma_{\text{SL}} - \gamma_{\text{LG}} \quad \text{Eq. I. 5.}$$

Lorsque le coefficient S est supérieur à 0, il y aura mouillage total de la surface. En revanche, dans le cas où S est négatif, le **mouillage sera dit partiel** conduisant à la formation d'une goutte sur la surface solide. En règle générale, plus la tension superficielle du liquide est faible, plus l'étalement est important. L'eau ayant une tension superficielle importante, le mouillage par l'eau d'un solide est en général incomplet.

Dans une situation de mouillage partiel, la **loi de Young-Dupré** donne l'expression de l'**angle de contact** θ statique d'une goutte liquide déposée sur un substrat solide, en équilibre avec une phase vapeur :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{\text{SG}} - \gamma_{\text{SL}}}{\gamma_{\text{LG}}} \quad \text{Eq. I. 6.}$$

Cette relation est obtenue par projection des vecteurs formés par les tensions interfaciales ayant pour origine le point triple (cf. Figure I. 27b). Les situations suivantes se présentent :

- ☞ $\theta > 90^\circ$: Le liquide est dit « non mouillant ». S'il s'agit de l'eau, le solide est dit hydrophobe (cf. Figure I. 27b);
- ☞ $\theta < 90^\circ$: Le liquide est dit « mouillant ». S'il s'agit de l'eau, le solide est dit hydrophile (cf. Figure I. 27a).

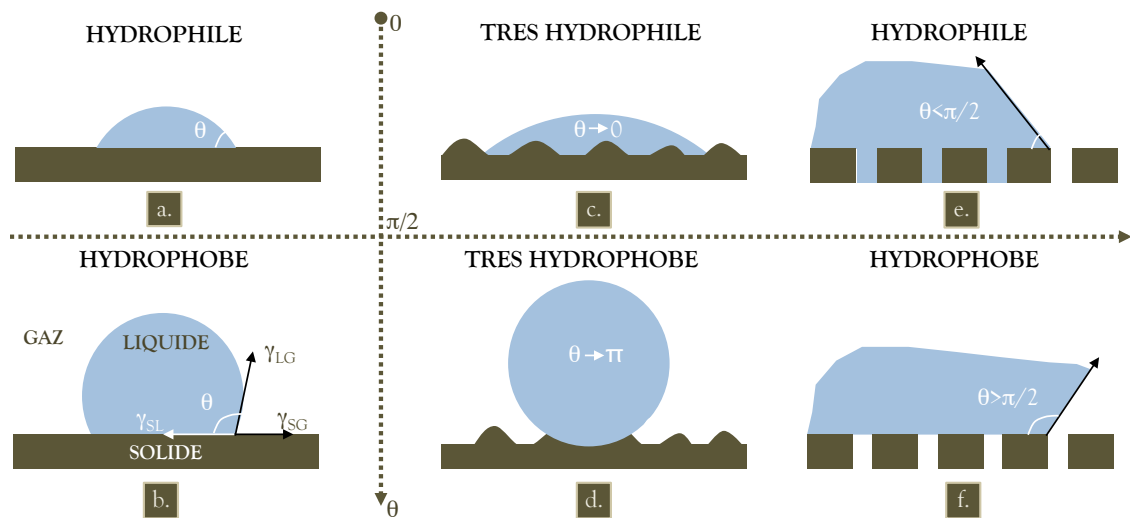


Figure I. 27. Représentation schématique d'une surface lisse hydrophile (a) et hydrophobe (b), d'une surface rugueuse hydrophile (c) et hydrophobe (d) et d'une surface poreuse hydrophile (e) et hydrophobe (f) [DEG 04].

I.3.2.b. Mouillage d'une surface végétale lignocellulosique hétérogène et poreuse

Les surfaces représentatives des particules lignocellulosiques présentent de nombreuses hétérogénéités et une importante rugosité [GAR 91]. Le mouillage du bois et les facteurs qui l'influencent ont été largement étudiés durant les dernières décennies [GAR 91, WAL 00, BRY 08]. De manière générale, plus sa surface est rugueuse, plus l'angle de contact formé par un matériau hydrophobe sera grand [DEG 04] (cf. Figure I. 27d). De même, plus la rugosité de la surface d'un **matériau hydrophile comme le bois** est grande, plus il tendra à être parfaitement mouillant (cf. Figure I. 27c).

I.4. LES PHENOMENES DE TRANSFERT EN MILIEU POREUX

I.4.1. Le transfert de liquide en régime laminaire

I.4.1.a. Les transferts par capillarité

Lorsque le liant minéral aqueux se trouve au contact d'un support poreux hydrophile tel qu'une particule lignocellulosique, son eau de constitution va mouiller la surface sur laquelle elle est appliquée. Dès lors, en fonction de la taille des pores constituant le support, une pression capillaire de succion P_C va s'exercer sur l'eau libre du liant. Cette pression P_C [N.m⁻²] est décrite par la **loi de Kelvin-Laplace** :

$$P_C = \frac{-2\gamma_{LG} \cdot \cos \theta}{r} \quad \text{Eq. I. 7.}$$

- ⌘ γ_{LG} : tension superficielle du liquide (ici l'eau libre du liant) au contact du gaz environnant [N.m⁻¹]
- ⌘ θ : angle de contact que le liquide forme avec la surface poreuse
- ⌘ r : rayon du pore capillaire concerné [m]

Dès lors, on peut calculer la hauteur de remontée du liquide dans le capillaire h_L définie par la **loi de Jurin** :

$$h_L = \frac{-P_C}{\rho_L \cdot g} \quad \text{Eq. I. 8.}$$

- ⌘ g : accélération de la pesanteur [m.s⁻²]
- ⌘ ρ_L : masse volumique du liquide (ici l'eau libre du liant) [kg.m⁻³]

La dynamique de cette ascension est définie par la **loi de Washburn** qui établit une relation de **proportionnalité** entre la hauteur de remontée capillaire h_L et la **racine carrée du temps**. Elle est notamment influencée par la viscosité dynamique μ du fluide :

$$h_L^2 = \frac{r \cdot \gamma_{LG} \cdot \cos \theta}{2\mu} \cdot t \quad \text{Eq. I. 9.}$$

- ⌘ μ : Viscosité dynamique [Pa.s]

I.4.1.b. Les transferts par filtration en milieu poreux saturé

Dans le milieu poreux complexe représenté par les agrobétons, la pression générée par l'absorption en eau par capillarité déclenche un second phénomène au niveau de l'interface liant/particule. Cette absorption engendre en effet un **phénomène dit de filtration** de l'eau à travers les granulats minéraux de grande taille (>50µm) qui constituent le liant. Ce mouvement aqueux en milieu saturé, prédominant au niveau de l'interface, peut entraîner les fines particules et ions en suspension dans le liquide interstitiel à l'intérieur de la structure végétale. Le processus de filtration s'apparente à

l'écoulement en régime laminaire d'un fluide visqueux interstitiel subissant des frottements sur le squelette granulaire du liant. Il est défini par la **loi de Darcy** :

$$\vec{u} = \frac{-k}{\mu} (\nabla P_C - \rho \vec{g}) \quad \text{Eq. I. 10.}$$

- ↳ \vec{u} : Vitesse de filtration [m/s]
- ↳ P_C : Pression [Pa]
- ↳ ρ : Masse volumique du fluide [kg.m⁻³]
- ↳ \vec{g} : Vecteur accélération de la pesanteur [m.s⁻²]
- ↳ k : Perméabilité intrinsèque [m²]

I.4.2. Les transferts de vapeur d'eau, de particules ou d'ions par diffusion

Les phénomènes diffusifs sont de multiples sortes et interviennent dans de nombreux milieux. Les agrobétons sont d'ailleurs un bon exemple puisqu'ils sont soumis dès leur élaboration à de nombreux transferts par diffusion comme:

- ↳ La **diffusion de l'eau liquide** dans les parois végétales dès le malaxage et jusqu'à plusieurs jours ;
- ↳ La **diffusion des particules minérales du liant et des extractibles végétaux** dans l'eau de gâchage et particulièrement à l'interface liant/végétal;
- ↳ La **diffusion de l'eau sous forme de vapeur lors du séchage** pendant 1 à 3 mois mais aussi pendant l'utilisation du matériau.

Tous ces phénomènes ont une influence sur l'adhésion à court et long terme entre une particule lignocellulosique et un liant minéral. Ainsi la diffusion de l'eau liquide dans les parois cellulaires végétales va potentiellement détruire des liaisons hydrogènes établies avec le liant [COU 84, VIC 99] et générer soit un gonflement, soit une rétraction des tissus végétaux [ROW 05].

I.4.2.a. Loi de Fick

Les nombreux phénomènes de diffusion présents dans la nature sont décrits par les **lois de Fick** et peuvent être caractérisés par leur **coefficient de diffusion D**. Il s'agit de phénomènes de transport très courants généralement engendrés par la création d'un gradient de potentiel chimique, hydrique ou de concentration. La diffusion tend à homogénéiser ce gradient selon la 1^{ère} loi de Fick :

$$J = D \cdot \frac{\partial C}{\partial x} \quad \text{Eq. I. 11.}$$

- ↳ J : Flux de diffusion [mol.m⁻².s⁻¹]
- ↳ D : Coefficient de diffusion [m².s⁻¹]
- ↳ C : Concentration de l'espèce moléculaire [mol.m⁻³]
- ↳ X : Coordonnée spatiale selon laquelle est observée la diffusion [m]

Considérons l'extrémité d'une éprouvette en bois stabilisée dans une atmosphère HR_0 mise en contact avec une atmosphère à humidité relative HR_1 à un instant $t=0$. Un gradient de concentration d'humidité $C(x,t)$ se crée instantanément avec les tissus du bois donnant lieu à un front de diffusion de profondeur $d(t)$. La nature brownienne du mouvement est à l'origine de **l'avancée proportionnelle à la racine carré du temps du front de diffusion d**.

I.4.2.b. Lois d'Einstein

La diffusion des extractibles, des particules minérales dans le milieu liquide interstitiel est responsable de problèmes de prise du liant minéral en contact avec une particule végétale (cf. §II.1.2.b et II.2.3). Cette migration d'espèces est régie par la loi dite d'Einstein-Smoluchowski [EIN 1905] qui définit le mouvement brownien des particules.

$$D = \mu_0 \cdot K_B \cdot T \quad \text{Eq. I. 12.}$$

- ⌘ D : coefficient de diffusion
- ⌘ K_B : Constante de Boltzmann
- ⌘ T : Température du milieu [K]
- ⌘ μ_0 : Mobilité de la particule, de l'ion...

Un cas particulier important de cette loi définit la diffusion de particules sphériques dans un milieu à faible nombre de Reynolds (régime laminaire). Il s'agit de la loi de Stokes-Einstein [BEN 09] :

$$D = \frac{K_B \cdot T}{6\pi \cdot \mu \cdot r} \quad \text{Eq. I. 13.}$$

- ⌘ μ : Viscosité dynamique du milieu [Pa.s]
- ⌘ r : Rayon de la particule qui diffuse dans le milieu [m]

Cette relation est applicable dans les capillaires des tiges lignocellulosiques et les porosités des parois cellulaires en raison de leur très faible diamètre qui induit un nombre de Reynolds inférieur à 2400 avec l'eau.

I.5. ANALOGIE AVEC L'ADHESION DES MORTIERS SUR UN SUPPORT POREUX

Une analogie peut être faite entre les granulats de bois lignocellulosiques des BCC et un substrat poreux (adhérent) sur lequel est appliqué un mortier ou un enduit (adhésif). Cela nécessite de poser les **hypothèses** de départ que le **granulat est inerte et stable dimensionnellement**. C'est sur la base de ces hypothèses qu'est menée la réflexion de ce paragraphe.

I.5.1. Appétence capillaire d'un support poreux

Pour ce qui concerne l'établissement d'une liaison physique à court terme, les transferts de liquide par le biais des **forces de capillarité** revêtent une grande importance. Plusieurs études ont montré l'influence des propriétés d'absorption capillaire du substrat poreux sur le développement des forces de liaisons à l'interface mortier/substrat [GRO 99, COU 00, SUG 01].

Courard [COU 00] qualifie ces échanges par capillarités d'**appétence** du substrat pour le liquide interstitiel du mortier. Si elle n'est pas suffisante, une ségrégation d'eau en surface du substrat est observée, augmentant la porosité finale de l'interface.

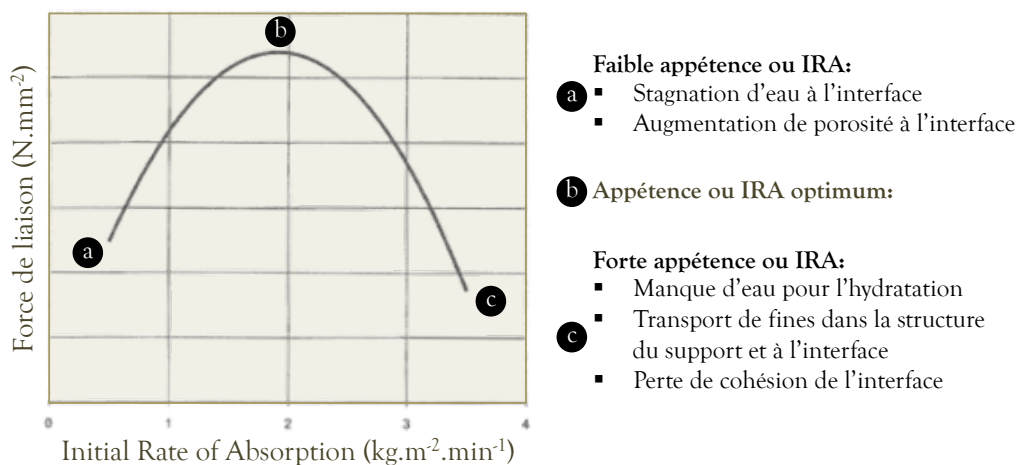


Figure I. 28. Illustration de l'optimum du taux d'absorption initial (IRA) [GRO 99]

Groot et al. [GRO 99] décrivent l'existence d'un **coefficient d'absorption capillaire optimum** permettant d'atteindre des propriétés maximales. Ils introduisent le concept de taux d'absorption initial (IRA¹⁷ [kg.m².min⁻¹]), défini comme la capacité d'absorption par capillarité à 1 minute du substrat poreux plongé dans 3 mm d'eau. L'IRA optimum est défini comme celui permettant d'assurer la plus grande force de liaison entre le support poreux et le mortier (cf. Figure I. 27). L'IRA dépendant du volume et de la taille des pores, les auteurs précisent qu'il ne s'agit pas du seul facteur influent. Cette observation est également réalisée par Sugo et al. [SUG 01].

Sugo et al. [SUG 01] décrivent un **potentiel de succion** entre un substrat poreux relativement sec et un mortier saturé en eau qui tend à s'équilibrer. Dès la mise en contact, le potentiel de succion important du substrat entraîne le transport du fluide interstitiel du mortier vers l'interface substrat/mortier puis dans la porosité même du substrat. Pour les auteurs, il s'installe au cours de ces échanges des gradients d'humidité et de potentiel de succion au niveau de l'interface. Au cours de l'hydratation du liant, les gradients évoluent et peuvent créer, en fonction de la taille et de l'interconnectivité de la porosité, un flux inverse de liquide du support vers le mortier facilité par une porosité

¹⁷ IRA : Initial Rate of Absorption

grossière du support [GRO 99, SUG 01]. Ce flux inverse peut être à l'origine d'un regain d'hydratation.

I.5.2. Transport des particules lors de la filtration

Plusieurs auteurs soulignent que les processus d'absorption par capillarité sont responsables du transport des particules fines en suspensions du mortier vers la surface et la porosité du substrat [GOR 99, COU 00, SUG 01]. Sugo et al. [SUG 01] parlent d'amas de particules fines issues du liant qui stagneraient le long de l'interface brique/mortier, offrant une continuité entre les deux matériaux. Un transfert trop important engendrerait selon eux une fragilisation de la zone du mortier située avant l'interface en la rendant notamment plus poreuse. A l'inverse, une quantité insuffisante conduirait à une interface fragile en raison d'une mauvaise interpénétration.

Groot et al. [GRO 99] précisent que ces mouvements des particules fines du mortier et leur densification à l'interface mortier/support sont susceptibles de modifier de façon importante les pressions capillaires exercée par le mortier.

I.6. BILAN SUR LES PROCESSUS D'ADHESION LIANT/BOIS

La complexité du matériau bois - matériau fortement, hydrophile, poreux, sujet au gonflement, anisotrope et hétérogène - explique la multiplicité des phénomènes à prendre en compte pour comprendre son interaction avec un adhésif. Les interactions principales ayant cours dans le cas spécifique de l'adhésion liant minéral/bois à court terme sont synthétisées dans la Figure I. 29. Les points qu'il semble important de retenir sont les suivants :

- ✎ *Assurer un mouillage optimal qui permette l'interpénétration du liant dans la rugosité de surface et les porosités internes aux particules (vaisseaux);*
- ✎ *Multiplier les liaisons physiques, l'interpénétration;*
- ✎ *Tendre vers des transferts hydriques ni trop forts (manque d'eau pour l'hydratation), ni trop faibles (stagnation d'eau à l'interface) en régulant la capillarité ou la filtration;*
- ✎ *Limiter la filtration des particules fines du liant vers l'interface pour éviter les amas de particules ;*
- ✎ *Limiter la diffusion des particules du liant dans la liquide interstitiel pour limiter les gradients de concentration ;*
- ✎ *Limiter les effets des variations volumiques du bois pour assurer la durabilité de l'interface.*

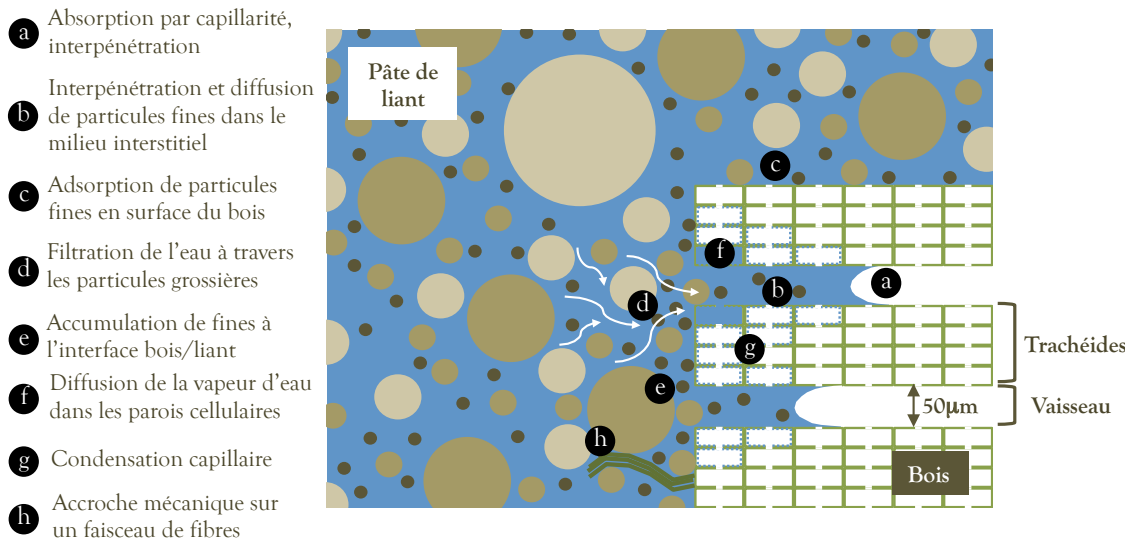


Figure I. 29. Schéma des interactions entre un liant minéral hydraté mis en contact avec une particule de bois après que le mouillage soit assuré.

II. PROBLEMES OBSERVES SUR LE COUPLE LIANT MINERAL/PARTICULE LIGNOCELLULOSIQUE

A l'heure actuelle, la grande majorité des travaux scientifiques traitent des interactions entre des liants minéraux et des fibres végétales en raison du grand intérêt porté à ces fibres pour remplacer les fibres synthétiques en renfort de structure [TOL 03, COU 05, SED 08]. Il y a en revanche une documentation beaucoup plus légère concernant l'interaction entre ces mêmes liants et des particules moins élancées et plus poreuses. Cette partie fera donc le bilan des travaux effectués non seulement sur les particules boisées mais également sur les fibres afin de pouvoir faire quelques parallèles avec les autres particules lignocellulosiques.

II.1. PROBLEMES DE PRISE DU LIANT EN CONTACT AVEC LE VEGETAL

Quelle est l'influence du végétal sur la prise d'un liant minéral ? Dans le cas des BCC, plusieurs auteurs observent sur des éprouvettes ciment-chênevotte une solidification de surface tandis que l'intérieur reste à l'état de poudre [CER 05, BEV 08]. C'est l'effet bien connu dit de « farinage ». A l'inverse, certains auteurs observent avec le ciment des caractéristiques mécaniques plus intéressantes qu'avec les liants à base de chaux [BUT 04, DEB 09]. En clair, il n'existe pas de consensus sur le liant minéral ou l'adjuvantation spécifique à utiliser en mélange avec des particules végétales. Des paramètres tels que la quantité d'eau utilisée, la méthode de mise en œuvre, le traitement

appliqué aux particules ou l'atmosphère de conservation vont en effet largement influencer l'interaction à court et long terme entre le liant et le végétal. Bien entendu, la grande hétérogénéité du végétal et sa diversité complexifie encore les choix à effectuer [SED 07-1]. En fonction de la période de récolte, des différences importantes ont pu être observées sur le retard de prise. De ce fait, il est bien souvent difficile de comparer les résultats des différents auteurs.

II.1.1. Une compétition pour l'eau

L'utilisation de particules végétales extrêmement poreuse est responsable lors de la mise en œuvre des Agrobétons d'une importante absorption d'eau par ces particules. Il est souvent rapporté [NGU 09-1, ARN 12] que cette caractéristique hydrophile des végétaux engendre une compétition avec les liants hydrauliques, qui ont besoin d'un apport en eau minimum pour former des hydrates et assurer leur cohésion. Cette compétition semble être à l'origine du farinage des liants hydrauliques [CER 05]. L'utilisation de liants à fort pouvoir de carbonatation, notamment à base de chaux aérienne, est d'ailleurs souvent choisie pour résoudre ce problème, au moins en surface [ELF 08, MOU 09, NGU 09-1].

Des études récentes menées sur les bétons autoplaçants pourraient permettre de mieux maîtriser la quantité d'eau à apporter aux granulats afin de limiter la compétition entre l'absorption du végétal et l'hydratation du liant [DIE 10]. En effet, les méthodes de pré-mouillage utilisées jusqu'à présent pour apporter l'eau nécessaire à la saturation des granulats et du liant ne justifient par réellement le dosage choisi [CER 05, NGU 09-1]. Par ailleurs, la mise en forme de l'agrobéton entre également en jeu, une méthode par compactage, écrasant partiellement le végétal, permettant la restitution d'une partie de l'eau de gâchage [NGU 09-1].

II.1.2. Influence des extractibles végétaux et des produits d'attaque alcaline

II.1.2.a. Processus d'extraction

Les liants cimentaires ou les chaux ont la propriété une fois mélangés à l'eau de créer un pH interstitiel fortement basique (13,5 pour le ciment Portland, 12,5 pour la chaux aérienne). La mise en contact de végétal avec un milieu fortement alcalin va non seulement conduire à la solubilisation de polysaccharides extractibles (au même titre qu'avec un solvant neutre) mais également à celle de produits de dégradation de l'attaque alcaline [SED 07-1]. Dans le cas des fibres végétales en faisceau, les composés principalement extraits sont les hémicelluloses et les pectines constituant la lamelle mitoyenne qui sont dégradées par le milieu alcalin [GRA 08]. Diverses études ont été conduites sur le sujet [KNI 03, GOV 04, SED 07-1].

II.1.2.b. Conséquences de la présence d'extractibles dans le milieu

La bibliographie sur ce point est très majoritairement tournée vers les problèmes de retard d'hydratation et de prise dans les ciments. Les études sont menées en observant l'influence de divers composés polysaccharidiques [PES 04, PES 06, POU 06] ou directement celle de bois [HOF 84, SEM 02, GOV 04] ou de fibres végétales [SED 07-1, LET 08, OLO 08]. Le lecteur pourra se référer au travail de synthèse effectué par Frybort [FRY 08].

De manière générale, les auteurs observent des retards voire une inhibition totale de la prise des ciments en présence de bois [THO 83, HOF 84, HAC 90, WEI 00, BIL 03, GOV 04]. Plusieurs indices de compatibilité des essences de bois avec le ciment ont par ailleurs été proposés, aboutissant à des systèmes de classification de leur capacité inhibitrice [HOF 84, HAC 90, WEI 00, OLO 08]

De façon simplifiée, l'impact majeur de la présence de végétaux sur le milieu réactif semble être une diminution dans le milieu réactif du taux de calcium, diminution d'autant plus importante que le pourcentage volumique de fibres est important [SED 07-1] (cf. Figure I. 30). Les métaux acides tels que Si et Al voient au contraire leur concentration augmenter. Ce résultat est par ailleurs établi 30 minutes après mélange des constituants.

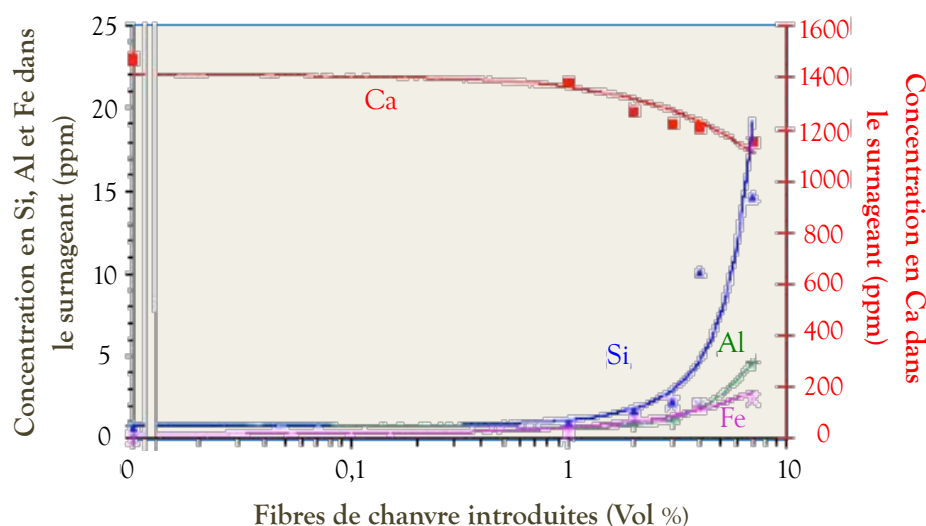


Figure I. 30. Evolution de la concentration en calcium, silicium, aluminium et fer dans le milieu réactif en fonction de la quantité de fibres de chanvre introduites dans une pâte de ciment (E/C=2, mesures réalisées 30 minutes après malaxage) [SED 07-1]

Dans le cadre de ce travail, le liant élaboré est de type pouzzolanique (cf. Chapitre V). La solidification et la création d'hydrates solides est de ce fait caractéristique de la réaction entre les aluminosilicates présents dans le milieu réactif et la Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Cette réaction, nettement plus lente que celle de l'hydratation des ciments, va donc être affectée de manière différente par la présence d'extractibles ou de produits de

dégradation de végétaux. Toutefois, il n'existe pas à notre connaissance d'études spécifiques concernant les problèmes de prise lors de l'utilisation d'un liant pouzzolanique en mélange avec des végétaux lignocellulosiques. Les cations en solution dès les premières minutes sont cependant les Ca^{2+} libérés par l'hydrolyse de la chaux qui conduit à la basification du milieu [DRO 78] (cf. Chapitre V). L'observation faite par Sedan (cf. Figure I. 30) pourrait donc être transposable.

Par ailleurs, certains auteurs traitent de l'adsorption de polysaccharides à l'interface entre le minéral et le milieu réactionnel [LAK 07]. Ils expliquent que l'adsorption des polysaccharides en surface des granulats s'effectue au niveau des sites métalliques hydroxylés. Liu et al. [LIU 00] précisent que l'interaction est de type acide-base, soulignant ainsi que les groupements hydroxyles basiques auraient une capacité d'adsorption nettement plus importante, les polysaccharides étant acides. Lakowsky et al. [LAK 07] précisent que plus le minéral est basique, plus forte est l'interaction. En d'autres termes, le calcium hydroxylé est susceptible de fixer des polysaccharides qui vont modifier son comportement.

Ce phénomène n'explique cependant pas la baisse de concentration en ions calcium des mélanges ciment-végétal dans le milieu réactif. Les phénomènes mis en jeu sont donc différents et nécessitent de s'intéresser à l'interface liant/végétal, et plus particulièrement à la surface du végétal (cf. §II.2.2).

II.2. DIAGNOSTIC A LONG TERME : LA ZONE DE TRANSITION INTERFACIALE

Les problèmes d'interface entre les liants minéraux et les végétaux ont été majoritairement étudiés pour l'incorporation de fibres en renfort de structure dans des bétons. L'interface prend dans le cas de ce type d'applications une importance majeure puisqu'elle est largement sollicitée. Ce sera également le cas si, à la manière des panneaux de particules, on réalise des Agrobétons compactés et de ce fait stratifiés. Néanmoins, les problèmes à l'interface fibre/matrice pourraient être en partie différents de ceux que l'on rencontrera à l'interface particule boisée/matrice en raison d'une porosité très différente.

II.2.1. La zone de transition interfaciale

Une observation récurrente dans les études menées sur les mélanges entre des particules lignocellulosiques et un liant minéral concerne les auréoles dites de transition ou Zones de Transition Interfaciales (ZTI). Il s'agit de zones entourant la fibre ou la particule qui constituent des points de faiblesse dus à l'incompatibilité végétal/minéral, à la mise en forme et à l'histoire du béton. Cette zone interfaciale existe également entre les granulats et le ciment dans les bétons classiques et s'explique par un gradient du rapport Eau/Ciment [OLL 95]. Cet effet conduit à une microstructure différente sur une épaisseur de 50 à 100µm autour du granulat, notamment à des porosités plus importantes

[LO 04]. Dans le cas de granulats légers, Lo et al. observent une densification de la zone interfaciale par rapport aux granulats classiques, le ciment étant à même de s'infiltrer en partie dans la porosité. L'épaisseur de l'auréole de transition diminue également, l'effet de mur étant limité, pour s'établir autour de 10 μ m.

L'observation de cette zone a été réalisée par de nombreux auteurs dans le cas de bétons fibrés ou incorporant des particules végétales. Savastano et Agopyan [SAV 99] observent dans le cas de fibres de coir, de sisal et de malva une auréole de transition allant jusqu'à 100 μ m d'épaisseur. Ils identifient cette zone par une augmentation de la porosité et l'apparition de fissures.

En règle générale, la littérature fait état de cinq types de modifications interfaciales :

- ✂ **Zone de matrice poreuse** [SAV 99, MAG 10, AGO 05];
- ✂ **Zone de matrice fissurée** [SAV 99, AGO 05];
- ✂ **Zone de vide** [BOU 02, KHA 08, MAG 10];
- ✂ **Zone de dépôt en surface du végétal** [MAG 10, SED 07-2]
- ✂ **Zone de présence de produits d'hydratation** différents de la matrice saine [AGO 05, MOH 06].

Les problèmes détectés au niveau de la ZTI sont souvent couplés et reflètent l'histoire même du composite [MOH 05, MAG 10]. Les phénomènes mis en jeu sont complexes et de diverses natures. A l'heure actuelle, beaucoup sont basées sur des hypothèses et dépendent de la nature même des végétaux. Il est par ailleurs facile de faire des erreurs d'interprétation sous-jacentes à la préparation des éprouvettes, notamment pour les observations au MEB.

II.2.2. Interactions chimiques en surface des particules végétales et minérales

Certains composés présents dans les végétaux lignocellulosiques ont la propriété de fixer dans leur structure polymérique des cations. C'est le cas notamment des pectines, utilisées comme gélifiant industriel. Dronnet et al. [DRO 96] rapportent la capacité des pectines présentes dans que le citrus et les pulpes de betteraves à fixer les ions métalliques divalents. Ralet et al. [RAL 01] observent plus spécifiquement la capacité de pectines en solution à capter les ions Ca²⁺. Le travail de Sedan montre plus spécifiquement que les composés peptiques présents en surface des fibres de chanvre ont la même propriété. Le mécanisme de fixation des ions divalents dit « egg box » est couramment rapporté dans la littérature [RAL 01, SED 07-2] (cf. Figure I. 31). Ce mécanisme peut être décrit comme l'intégration dans la structure peptique d'un cation Ca²⁺ (ou tout autre ion divalent) qui vient se fixer aux atomes d'oxygène électronégatifs des deux chaînes peptiques qui l'entourent. Le composé formé dans le cas d'ions Ca²⁺ est appelé pectate de calcium. Sedan rapporte que ce phénomène ne se produit qu'en milieu alcalin, quand les pectines et les ions calcium sont en solutions.

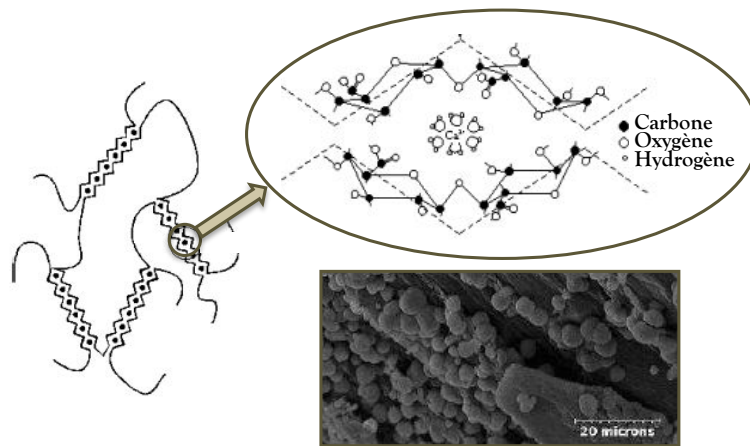


Figure I. 31. Structure dite « egg box » et fixation de nodules de calcium en surface des fibres de chanvre [SED 07-2]

D'un point de vue microscopique, Sedan observe la formation de nodules de composés calciques en surface des fibres de chanvre immergées dans une solution saturée en chaux (cf. Figure I. 31). Magniont fait le même constat et note que ce phénomène est moins marqué dans le cas du lin [MAG 10]. Le même phénomène pourrait se produire directement dans le milieu réactionnel créé lors du gâchage d'un béton végétal. L'interface/liant végétal serait alors appauvrie en cations Ca^{2+} captés dans la structure peptique ce qui limiterait la prise autour de cette zone [SED 07-1]. Ces mêmes auteurs ont fait cette observation sur des fibres in-situ [MAG 10, SED 08]. Sedan mesure alors une pellicule de produits calciques d'une épaisseur d'environ $16\mu\text{m}$ et de répartition irrégulière. Cette irrégularité est aussi soulignée par Magniont.

Magniont [MAG 10] observe et identifie en surface des fibres de chanvre brutes des composés calciques de l'ordre du micron. Elle émet l'hypothèse que ces composés constituent des accroches pour la nucléation des composés calciques en solution saturée de chaux. Dans le cas du lin en revanche, elle n'observe pas ce phénomène et l'attribue à une spécificité du chanvre.

II.2.3. Gradients de porosité et de composition

Lors du gâchage d'un béton, les granulats, en fonction de leurs capacités hygroscopiques, de leur porosité et de leur mouillabilité, vont être recouverts d'une pellicule micrométrique d'eau. Les études sur les bétons de granulats classiques utilisent le terme d'effet de mur ou « wall effect » [SCR 96, DIA 01, LO 04]. Cet effet de mur est réputé pour engendrer une zone de transition interfaciale (ZTI) affectée autour du granulat d'une épaisseur pouvant atteindre $30\mu\text{m}$ [DIA 01]. Scrivener et al. [SCR 96] décrivent un gradient de porosité entre le granulat et la matrice qui fragilise l'interface. Diamond et al. [DIA 01] n'observent pas ce gradient de porosité mais un gradient de concentration en ciment Portland dans la ZTI, cette concentration diminuant en se rapprochant des granulats.

Savastano et al. [SAV 99] observent un élargissement de la ZTI en comparaison des granulats classiques jusqu'à 100µm ainsi qu'un accroissement de la porosité et de la concentration en Portlandite. Par ailleurs, leur analyse souligne que ces trois paramètres augmentent avec le rapport Eau/ciment. Ce phénomène est accentué, comme lors de l'utilisation de granulats classiques, lorsque le rapport Eau/liant augmente dans la matrice [SAV 99, AGO 05]. Par ailleurs, l'augmentation de la quantité d'eau lorsque l'on se rapproche de la fibre entraînerait la diffusion des ions Ca^{2+} , fragilisant encore un peu plus l'interface [AGO 05].

II.2.4. Variations dimensionnelles à court et long terme

Le comportement hygroscopique des végétaux lignocellulosiques est également problématique en ce qui concerne leurs variations dimensionnelles. La diffusion et la fixation d'eau dans les parois végétales engendrent en effet un important gonflement qui peut atteindre 20% en volume [ROW 05]. Les hémicelluloses sont les composés qui génèrent le plus fort gonflement. Ainsi, Boustingorry [BOU 02] trace pour plusieurs essences de bois la variation volumique ΔV en fonction de la prise massique relative Δm suite à une immersion dans l'eau. Il observe pour le pin et le peuplier une augmentation volumique d'environ 20% dès que la prise en masse relative atteint 50% en raison de l'aptitude des composés du bois à former des liaisons hydrogène avec l'eau.

Le coefficient ASE (Anti Swelling Efficiency) qui définit l'efficacité relative d'un traitement du bois à diminuer le gonflement est calculable selon l'équation suivante :

$$ASE = \frac{G_{\text{MAX-naturel}} - G_{\text{MAX-traité}}}{G_{\text{MAX-naturel}}} \quad \text{Eq. I. 14.}$$

☞ G_{MAX} : Taux de gonflement ultime, c'est-à-dire à saturation des fibres.

Boustingorry observe sur des éprouvettes de gypse incluant un parallélépipède de bois une zone interstitielle entre le bois et la matrice. Khazma et al. [KHA 08-1] observent le même type d'interface sur un composite ciment/ana de lin. Ce phénomène de rétraction est largement observé dans le cas de béton de fibres végétales [SAV 99, AGO 05, MAG 10]. Le fait que le bois, les particules lignocellulosiques et les fibres végétales puissent subir des variations dimensionnelles en fonction de l'humidité du matériau induit une influence des **cycles d'humidification et de séchage**. Mohr et al. [MOH 05] proposent un modèle d'évolution en trois étapes durant les cycles H/S (humidification/séchage) de composites ciment/fibres de kraft:

☞ **Décollement fibre/matrice initial** dû au retrait de séchage de la fibre qui entraîne une chute des propriétés entre 0 et 2 cycles H/S ;

☞ **Reprécipitation de composés**, comme de l'ettringite secondaire, au niveau des vides formés lors du retrait. Ces composés situés entre la matrice et la fibre minimisent ensuite le gonflement du végétal lors des cycles suivants par blocage mécanique ;

✎ **Minéralisation de la fibre** par reprécipitation de produit d'hydratation, comme de l'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dans la structure de la cellule végétale.

Savastano et al. [SAV 02] observent une diminution importante des propriétés mécaniques d'un composite formé entre un liant à base de laitier de haut fourneau et des fibres végétales à hauteur de 2% en masse. Les auteurs soumettent les composites ainsi élaborés à un environnement extérieur ainsi qu'à des cycles humidité/séchage et observent d'importante chutes de propriétés. Ils attribuent ces chutes à la carbonatation de la matrice, à la dégradation de l'auréole de transition (visiblement fissurée) et à la minéralisation des fibres. De manière générale, les auteurs s'accordent à dire que la minéralisation partielle de fibres végétales engendre la diminution des résistances à la flexion et à la traction [TOL 00, SAV 02, MOH 05, MOH 06].

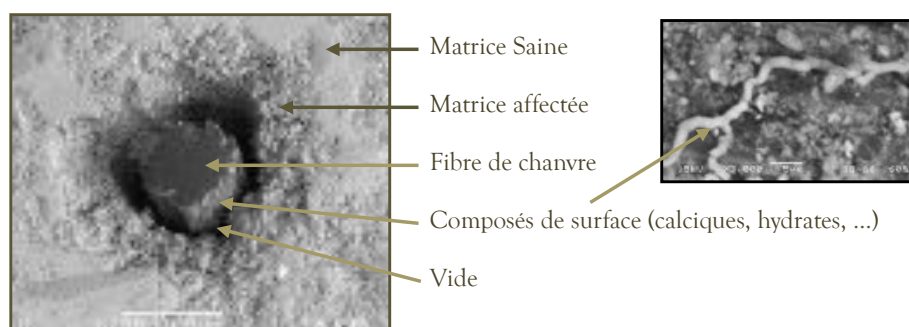


Figure I. 32. Auréole de transition complexe autour d'une fibre de chanvre dans une matrice métakaolin-NHL5 en zone carbonatée après 1 an de conservation à 95%HR [MAG 10]

Magniont [MAG 10] observe sur des mélanges métakaolin-NHL5 carbonatés incluant des fibres de yucca ou de chanvre et conservés 1 an à 95% H_R une auréole de transition très complexe (cf. Figure I. 32). Autour des fibres, elle observe un dépôt de produits majoritairement calciques de répartition inhomogène. D'après l'auteur, les produits autour des fibres n'ont pu se former que si la particule est entourée de vide, des composés en forme de serpentins étant apparus. Une seconde auréole de vide d'une épaisseur de 10 à 100 μm est d'ailleurs présente autour des fibres. Elle pourrait provenir de la rétraction observée par Mohr et al. [MOH 05], les composites n'ayant pas subi de cycle H/S. L'existence d'une troisième zone de porosité différente de la matrice pourrait signifier la création d'un gradient de composition dû à l'eau et à la diffusion des ions Ca^{2+} .

II.2.5. Durabilité des fibres végétales en milieu alcalin

Les liants cimentaires ou les chaux ont la propriété une fois mélangés à l'eau de créer un pH interstitiel fortement basique (13,5 pour le ciment Portland, 12,5 pour la chaux aérienne). Dans le cas d'un Agrobéton, les particules lignocellulosiques seront donc en contact direct avec ce milieu fortement alcalin et ce pendant de longues périodes. Un phénomène couramment observé est celui de l'attaque alcaline engendrant la

minéralisation du lumen des cellules et une chute des propriétés mécaniques, notamment du module de rigidité [TOL 00].

Kriker et al. [KRI 08] mettent en évidence sur des fibres de palmier dattier immergées en milieu alcalin que plus le diamètre de la fibre est faible, plus la baisse des propriétés mécaniques est importante. Ainsi pour une fibre de 0,8mm de diamètre maintenue 6 mois dans une solution saturée de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, la fibre conserve 69% de sa résistance en traction initiale contre 10% pour une fibre de 0,4mm. Les agrobétons utilisant des particules de taille importante, peut être pourrait-on négliger cet effet ? Il semble que non au vu de l'étude menée par Coatenlem et al. [COA 06] sur des mélanges bois de pin/ciment. Ils mesurent une chute importante de la résistance en compression entre 28 jours (6,82MPa) et 16 mois, que ce soit pour une conservation à l'ambiante (4,39MPa) ou en atmosphère humide (2,31MPa). Le lecteur peut également se référer aux travaux de Toledo et al. [TOL 00, TOL 03] sur le sujet.

II.3. BILAN SUR LES PROBLEMES GENERES PAR L'ASSOCIATION LIANT MINERAL/BOIS

Les problèmes d'interface liant minéral/végétal, s'ils sont limités lorsque la teneur en végétal est faible, deviennent prépondérants à partir d'un certain seuil. Leur compréhension est parfois limitée par le couplage probable de certains facteurs : interactions chimiques de surface, variations dimensionnelles, échanges en eau... Dans le cas des bétons incluant un fort volume de végétal, on a vu que les particules étaient séparées par un joint de liant très mince, soulignant ainsi un problème d'interfaces généralisé [NGU 09-1]. Les problèmes de prise du liant et ceux plus spécifiques aux interfaces seraient ainsi intimement couplés.

L'analyse présentée dans ce paragraphe permet de désigner un verrou majeur : la gestion de l'eau. Les problèmes répertoriés qui y sont directement associés sont les suivants :

- ❧ Manque d'eau pour l'hydratation du liant en raison de l'absorption par capillarité des particules végétales ;*
- ❧ Diffusion en milieu aqueux des extractibles et produits d'attaque alcaline ;*
- ❧ Diffusion en milieu aqueux des ions Ca^{2+} qui peuvent être captés par les pectines et créer un gradient de concentration;*
- ❧ Augmentation de la porosité à l'interface suite à la stagnation de l'eau ;*
- ❧ Gonflement des particules boisées en contact avec l'eau.*

Il est primordial de souligner que ces problèmes, signalés par de multiples auteurs, trouvent bien souvent une explication physique lorsqu'ils sont analysés du point de vue du phénomène d'adhésion décrit dans le SI. Sur la base de ces analyses couplées, tentons de comprendre quelles ont été les stratégies adoptées jusqu'ici pour résoudre ce problème.

III. COMMENT AMELIORER L'INTERFACE LIANT/VEGETAL ?

III.1. PREPARER OU MODIFIER LES PARTICULES VEGETALES ?

Au vu des divers problèmes que peuvent engendrer les particules végétales au sein de la matrice minérale, des études on légitimement été menées pour les modifier avant l'élaboration des composites. Cette étape est d'autant plus importante que l'on s'oriente vers une démarche composite. La plupart des traitements visent à limiter le comportement hydrophile du végétal et le relargage d'extractibles ou de produits d'attaque alcaline dans le milieu réactif. Cela peut être également la modification de la topographie et de la chimie de surface. Néanmoins, ces solutions peuvent induire des coûts non négligeables et être par ailleurs une source d'impact environnemental négatif. Il faut donc distinguer celles qui peuvent être raisonnablement utilisées dans le cadre de développement de matériaux de construction environnementaux à gros volume de production.

III.1.1. Prémouillage du granulat

Une partie des études réalisées sur les BCC préconisent un prémouillage des particules pour limiter l'absorption de l'eau de gâchage du liant [CER 05, DEB 09, NGU09-1, MON 11]. NGU 09-1 font le choix d'une quantité d'eau de prémouillage de 84% par rapport à la masse initiale de chènevotte. Cette quantité spécifique est choisie en lien avec la porosité des particules de chènevotte et donc leur capacité d'absorption. De Bruijn [DEB 09] fixe la quantité d'eau de prémouillage à 250% de la masse des granulats ce qui correspond au taux d'absorption de la chènevotte après 5 minutes d'immersion. Monreal et al. [MON 11] justifient un choix de 2 heures de prémouillage pour approcher la saturation de pulpes de betteraves avant de les mélanger à du ciment.

L'expérience acquise des recherches sur les mortiers apposés sur support poreux préconise cependant de maintenir des échanges aqueux entre ces deux entités (cf. I.5.1). Un prémouillage trop important [DEB 09, MON 11] pourrait être responsable d'une augmentation de la porosité à l'interface liant/granulat. Courard [COU 00] souligne l'influence de l'humidité contenue dans le béton avant la mise en contact avec un mortier de réparation sur la création d'une liaison.

III.1.2. Solubilisation d'extractibles

La plupart des traitements chimiques utilisés pour modifier les végétaux lignocellulosique ont été développés par l'industrie papetière. Il peut s'agir soit d'une trempe en conditions alcaline, soit d'une estérification. Ces techniques agissent en général en profondeur et conduisent majoritairement à une destruction partielle ou totale

de la structure des particules. Pour cette raison mais également pour d'autres (coûts ou impact environnemental), le choix a été fait de ne pas s'attarder sur ce type de techniques.

Des traitements en solution à température ambiante existent également. Elles peuvent agir sur trois types de problèmes :

- ✎ Modifier l'état de surface, générer des dépôts [SED 07-1, LET 09];
- ✎ Supprimer les composés dérangeants, inhibant la prise [MOS 83, SED 07-1, MER 07, OLO 08, LET 09] (cf. §II.1);
- ✎ Modifier le comportement hygroscopique [PEJ 08, FAK 06].

Les premières études sur le traitement des particules de bois pour améliorer les systèmes bois - ciment - eau datent du début des années 1980 [MOS 83]. Moslemi et al. ont notamment étudié l'influence d'un traitement dans de l'eau portée à ébullition pendant 6h puis éventuellement traité 24h dans une solution de NaOH à 1% pendant 24heures. Ces deux traitements ont permis la prise du ciment avec des granulats de mélèze, le mélange incluant des granulats non traités ne faisant pas prise. Olorunnisola et al. [OLO 08] observent une nette amélioration de la prise du ciment autour de fibres de rattan suite à une trempe dans de l'eau froide.

Dans sa thèse [SED 07-1], Sedan a analysé les lixiviats de fibres de chanvre dans l'eau et des solutions de CaCl_2 , NH_4Cl , NaOH et saturées en chaux. Il observe qu'à température ambiante, les fibres de chanvre sont très stables, que ce soit en milieu alcalin, légèrement acide ou acide, les concentrations des lixiviats en polysaccharides étant très faibles. Le même constat est fait par Govin [GOV 04] qui a analysé les lixiviats de peuplier dans une solution de chaux et Pourchez [POU 06] qui s'est lui intéressé à la stabilité alcaline de l'éther de cellulose. Néanmoins, Sedan émet des réserves quant à ces résultats, les conditions alcalines ou acides extrêmes pouvant entraîner la dégradation d'une partie des polysaccharides, conduisant à leur non détection.

Il observe cependant que le traitement à la soude permet de cristalliniser la surface des fibres, de même que Govin [GOV 04]. Le milieu alcalin n'est toutefois pas le seul responsable de cette cristallinité accrue puisque la lixiviation dans la solution saturée de chaux n'indique pas cet effet [SED 07-1, MAG 10].

Pejic et al. [PEJ 08] utilisent des solutions d'hydroxyde de sodium NaOH (17,5%) et de chlorite de sodium NaClO_2 (0,7%) sur des fibres de chanvre. La solution de NaOH va préférentiellement éliminer les hémicelluloses tandis que la solution de NaClO_2 va plus agir sur les lignines. Enlever préférentiellement les hémicelluloses conduit à diminuer le pouvoir de rétention d'eau R et augmenter la sorption ainsi qu'à éliminer en priorité les lignines conduisant à la tendance inverse. Les mêmes tendances sont observées pour un traitement alcalin des fibres de lin [FAK 06].

III.1.3. Recouvrement du granulat

La solution la plus radicale qui peut être choisie pour limiter le comportement hydrophile des particules végétales est sans doute d'effectuer un recouvrement de la particule par une substance lambda.

Khazma et al. [KHA 08-1] ont effectué un revêtement ciment+sucrose sur des particules d'ana de lin avec des rapports massique Eau/(ciment + sucrose)=1 et Ana/(ciment + sucrose)=2/3. Le recouvrement est limité selon les auteurs à la surface des particules, les pores du végétal n'étant pas comblés. Ils observent une large augmentation de la masse volumique en vrac qui passe de 96-103 kg/m³ pour les granulats brut à 255-283 kg/m³ pour ceux revêtus. De la même manière, ils relatent une diminution de ~200% à 53% de W_{SAT} qu'ils attribuent à l'adsorption d'eau sur les substances déposées et par l'absorption d'une petite quantité d'eau due à la présence de micro porosité dans ces mêmes substances. Néanmoins, il semble qu'ils n'aient pas pris en compte dans le calcul de W_{SAT} le fait que les particules aient une plus forte densité. Cependant, l'utilisation de particules revêtues permet une augmentation de 0,44 à 3,5MPa. Une diminution de 50% de la variation volumique est également observée et pourrait être expliquée par la suppression de la zone de vide observée autour des particules lorsqu'aucun traitement n'est appliqué.

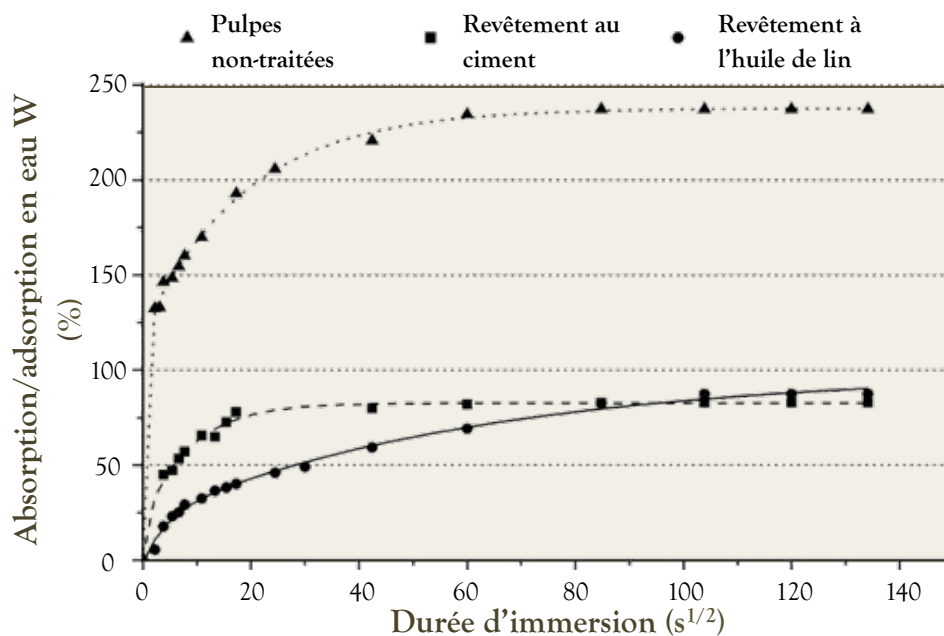


Figure I. 33. Influence de revêtements au ciment et à l'huile de lin sur la capacité d'adsorption/absorption en eau de granulats de pulpe de betterave [MON 11]

Monreal et al. [MON 08, MON 11] s'intéressent à la comptabilisation de pulpe de betterave issue de l'industrie sucrière pour une utilisation en mélange avec le ciment. Ils utilisent trois revêtements différents : ciment, chaux aérienne et huile de lin. Le ciment et la chaux sont utilisés avec un rapport Eau/Liant=1, les rapports pulpe/liant étant fixés à

0,8 pour le ciment et 0,6 pour la chaux. Le rapport pulpe/huile est quant à lui fixé à 1. Ils observent également une large augmentation de la masse volumique en vrac qui atteint 300kg/m^3 . Par ailleurs, comme dans l'étude menée par Khazma [KHA 08-1], ils n'appliquent pas de correction pour prendre en compte l'augmentation de la densité des particules.

Merzoud [MER 07] à lui aussi utilisé l'huile de lin comme revêtement de surface de particules de diss. Il observe avec ce traitement une absorption d'eau nulle comparée à celle des fibres brutes qui atteint environ 100% de la masse initiale en une minute. Cela engendre une variation dimensionnelle très faible lors d'une mise en contact avec l'eau du composite ciment/diss. Néanmoins, cette encapsulation de la particule a pour effet de diminuer la sorptivité des particules qui est trois fois plus faible que dans les fibres brutes. Les particules végétales sont donc dans ce cas réellement inertes.

Coatanlem et al. [COA 06] ont utilisé une solution de silicate de soude à 100g/L dans laquelle des particules de pin ont été immergées 24h et qui a servi à saturer les particules avant le gâchage. Ils soulignent l'amélioration des performances mécaniques qui peuvent être réalisées à court terme. Néanmoins, leurs observations au MEB montrent que la présence de sodium conduit à la formation d'aiguilles d'ettringite à la surface des particules de pin et dans l'auréole de transition entourant la particule. Plusieurs études ont montré que la formation d'ettringite secondaire s'effectue préférentiellement autour des granulats [MOH 06]. Elle est responsable d'un gonflement important du béton conduisant à des fissurations [LEK 09]. La formation à long terme d'ettringite par propagation du sodium dans la matrice cimentaire pourrait donc induire la chute de résistance mécanique observée par Coatanlem et al. [COA 06] après 16 mois. De plus, les cycles d'humidité séchage auxquels sont soumis les matériaux de construction induisent une formation d'ettringite en condition humide à l'interface fibre/matrice [MOH 06]. La trempe des particules dans une solution de silicate n'a donc pas eu l'effet escompté par les auteurs, c'est-à-dire une augmentation de la prise pouzzolanique autour des particules.

Les études évoquées ici montrent à quel point il est primordial de bien **définir les rapports massiques entre le végétal et son revêtement**, toute la formulation et les interprétations en dépendant. De trop nombreuses publications ne clarifient pas assez ce point, rendant difficile les interprétations.

III.1.4. Traitements thermiques

Les traitements thermiques de réification polymérique sont régulièrement appliqués sur le matériau bois [BOU 02]. Il s'agit essentiellement d'une pyrolyse contrôlée sous atmosphère inerte qui confère au bois de nouvelles propriétés, notamment une stabilité dimensionnelle plus importante (cf. Figure I. 34).

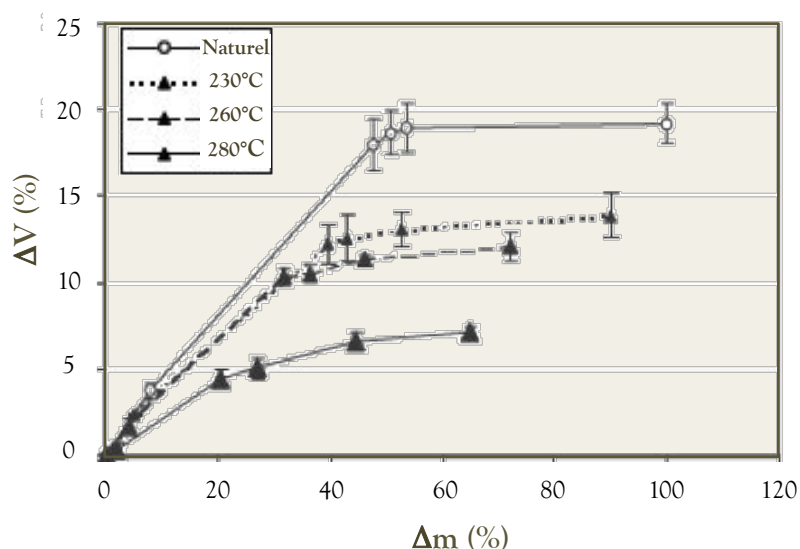


Figure I. 34. Influence de la température de traitement sur les courbes de rétractabilité du pin [BOU 02]

Boustingorry précise qu'il existe un optimum de température, dans son cas dans la gamme 200-280°C, pour chaque essence de bois étudiée. Pour le bois de pin, il mesure une contrainte de cisaillement à l'interface bois/gypse de 0,0262MPa pour un bois réticulé à 280°C contre 0,0029 MPa pour le bois brut, soit un facteur 10. Il observe par ailleurs sur la courbe de push out un pic caractéristique d'une décohésion d'interface dans le cas du bois réticulé, la contrainte de cisaillement dans le cas du bois naturel étant simplement due aux frottements.

Bilba et al. [BIL 08] notent après un traitement par pyrolyse de fibres de bagasse la diminution de la quantité d'hémicellulose et d'extractibles. Malgré une augmentation de la porosité de 6%, la fibre devient plus hydrophobe après traitement en raison de la disparition d'une partie des hémicelluloses. Cette information pourrait expliquer l'observation faite par Boustingorry [BOU 02] concernant la plus faible variation dimensionnelle des bois rétifés par rapport aux bois non traités (cf. Figure I. 34), les hémicelluloses ayant des propriétés hydrophile et de gonflement importantes (cf. §II.1).

III.1.5. Bilan sur les approches de modification des particules végétales

Pour plus de clarté et de visibilité, les observations fondamentales relevées lors de ce travail de bibliographie concernant l'interface fibre végétale/matrice minérale sont regroupées dans le Tableau I. 12.

L'amélioration et la caractérisation de l'interface liant minéral/végétal sont des éléments complexes à aborder lors de l'élaboration d'Agrobétons. En effet, toute modification ne doit pas se faire au détriment des performances hydriques et hygrothermiques. Par ailleurs, la

caractérisation de cette interface et des propriétés des particules modifiées est une nécessité. L'impact environnemental et l'augmentation du prix des granulats générés par cette modification doivent également être limités pour s'intégrer dans le contexte du développement durable.

Tableau I. 12. Récapitulatif, caractéristiques et impact des modifications de fibres ou granulats végétaux relevés dans la littérature.

Type de modification	Caractéristiques de la modification	Impacts et remarques	Source(s)
Prémouillage en eau	84 à 250% de la masse des granulats secs	<ul style="list-style-type: none"> ☒ Régulation des échanges en eau ☒ Amélioration de l'adhésion liant/granat ☒ Réalisation simple 	[COU 00, CER 05, DEB 09, NGU 09-1, MON 11]
Lixiviation en solution aqueuse neutre ou alcaline	Eau froide, eau chaude, solutions de Ca(OH)_2 , NaOH , CaCl_2 , NaClO_2 ... Concentrations et durées d'immersion variables	<ul style="list-style-type: none"> ☒ Solubilisation des extractibles végétaux potentiellement gênants ☒ Modification de l'état de surface des granulats ☒ Modification du comportement hygroscopique ☒ Impact environnemental 	[MOS 83, FAK 06, SED 07-1, MER 07, PEJ 08, OLO 08, LET 09]
Recouvrement du granulat	Ciment, ciment/sucrose, chaux, huile de lin, silicate de soude, ...	<ul style="list-style-type: none"> ☒ Hydrophobisation ☒ Limitation du gonflement ☒ Minéralisation éventuelle ☒ Séchage préalable ☒ Augmentation de la masse volumique des granulats à prendre en compte 	[COA 06, MER 07, KHA 08-1, MON 11]
Traitement thermique	Pyrolyse entre 200 et 280°C Température et durée à adapter en fonction des essences	<ul style="list-style-type: none"> ☒ Elimination d'hémicelluloses et autres extractibles ☒ Limitation du gonflement ☒ Hydrophobisation ☒ Chauffage plusieurs heures 	[BOU 02, BIL 08]

III.2. ADJUVANTER SPECIFIQUEMENT LE LIANT ?

Effectuer une **adjuvantation spécifique du liant** s'apparente être la solution la plus simple en terme de procédé industriel. De nombreux accélérateurs de prise ont d'ailleurs été testés sur des mélanges bois/ciment [MOS 83, ZHE 85, WEI 00] et ont permis des améliorations notables en terme de vitesse de prise et de propriétés mécanique des composites. A notre connaissance, **l'utilisation d'adjuvants spécifiques aux mélanges chaux/particules lignocellulosiques n'a pas fait l'objet de publications scientifiques**. De plus nombreux travaux existent en revanche sur l'adjuvantation des mortiers pour lesquels les propriétés d'adhésion avec les supports poreux sont de première importance [BEN 09, PAV 10, POU 10, IZA 10].

III.2.1. Quelles propriétés rechercher pour le liant?

III.2.1.a. Une solution très employée : accélérer la prise

La principale stratégie ayant été mise en œuvre pour améliorer les propriétés des bétons de ciments/bois concerne des **accélérateurs de prise**. Elle découle des observations faites dans les années 80 concernant les **retards de prise du ciment en présence de végétaux lignocellulosiques** (cf. §II.1.2). Dès 1983, Moslemi et al. [MOS 83] effectuent des ajouts de 5% de CaCl_2 , NaOH , MgCl_2 et $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dans le ciment. Ils observent une nette diminution du temps de prise (t_2) de prise de mélange pin/ciment. En 1985, Zhengtian et al. [ZHE 85] testent 30 accélérateurs organiques et inorganiques. Ils remarquent que de forts ajouts de SnCl_2 , FeCl_3 et AlCl_3 permettent une augmentation notoire de la température maximale d'hydratation du ciment T_{MAX} .

Néanmoins, ces travaux n'étudient pas les corrélations entre les propriétés mécaniques du composite final et les caractéristiques de la prise (T_{MAX} , t_2). Wei et al. [WEI 00] observent une augmentation du module de rupture (MOR) allant jusqu'à 400% de composites bois/ciment et bois/ciment de laitier avec des ajouts de 4% de CaCl_2 et $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, SnCl_2 ou FeCl_3 . Les auteurs concluent à une bonne corrélation entre la qualité de la prise et le MOR des composites.

D'autres sources et travaux sont cités dans le travail de synthèse sur les bétons ciment/bois réalisé par Frybort [FRY 08].

III.2.1.b. L'expérience des mortiers appliqués sur support poreux

Emmons et al. [EMM 96] décrivent la compatibilité entre un mortier et un élément poreux comme le bilan entre les propriétés physiques, chimiques et électrochimiques ainsi que des variations dimensionnelles. Cette compatibilité en terme de déformation est dépendante du module élastique, des capacités de retrait/gonflement et de fluage des matériaux [EMM 96, MOR 96]. Emmons et al. soulignent qu'en terme de

choix de mortier de réparation, il est préférable de s'orienter vers un mortier ayant une faible capacité de retrait, un faible module d'élasticité et une grande capacité de fluage.

Pavia et al. [PAV 10] effectuent une analyse allant dans le sens de Emmons et al. Ils étudient l'influence de l'hydraulicité, de la rétention en eau et de la quantité d'eau du mortier sur la résistance en flexion d'assemblages de briques poreuses avec des chaux naturelles NHL2, NHL3,5 et NHL5. Ils concluent que le paramètre le plus important est la **rétention en eau du mortier** suivi de la quantité d'eau puis l'hydraulicité. Les résistances atteintes sont équivalentes à celles d'assemblages utilisant du ciment Portland.

III.2.2. Vers une gestion de l'eau contenue dans le liant

Les bilans effectués sur les processus d'adhésion (cf. §I.6) et les problèmes générés par l'association d'un liant minéral et de particules lignocellulosiques poreuses (cf. §II.3) désignent la **gestion de l'eau comme le problème central** qu'il convient de résoudre. Comme pour améliorer l'adhésion entre une brique poreuse et un mortier de chaux [PAV 10], la solution la plus adaptée à ce problème désigne les **adjuvants rétenteurs d'eau**. La famille de rétenteurs d'eau la plus utilisée dans les ciments ses dernières années, souvent en complément de plastifiant, est sans doute celle des **éthers de cellulose (EC)**. Ces substances font l'objet de nombreux travaux de recherche [KHA 98, BOH 01, POU 06, POU 06-2, BEN 09, POU 10, PAT 11, BRU 11].

III.2.2.a. Les éthers de cellulose

Les **éthers de cellulose (EC)** sont des composés employés comme agents de viscosité, gélifiant ou stabilisants dans de nombreux domaines tels que l'industrie l'agroalimentaire, l'industrie pharmaceutique ou plus récemment l'industrie de la construction. Il s'agit de polymères dérivés de la cellulose dont la spécificité est d'être extrêmement hydrophile. Pour y parvenir, une synthèse par alcalisation et alkylation des groupements hydroxyles est nécessaire et permet le remplacement de ces radicaux par des groupes méthoxyle, hydroxyéthoxyle (spécifique aux **EC de type MHEC**) ou hydroxypropoxyle (spécifique aux EC de type MHPC).

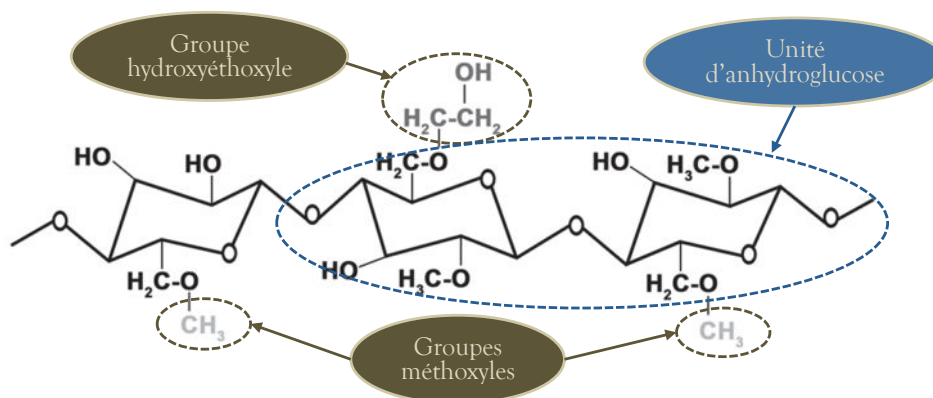


Figure I. 35. Structure moléculaire des éthers de cellulose de type MHEC.

Les éthers de cellulose de type **MHEC** (cf. Figure I. 35) et **MHPC** sont les plus utilisés dans le domaine de la construction. On caractérise généralement les éthers de cellulose trois grandeurs :

- ✎ **Le degré de substitution (DS)** : il correspond au nombre moyen de groupes hydroxyles substitués par unité d'anhydroglucose.
- ✎ **Le module de substitution (MS)** : il s'agit du nombre moyen de moles de radicaux greffés par rapport au nombre de moles d'anhydroglucose.
- ✎ **Le degré de polymérisation moyen (DP)** : il correspond au nombre d'unités monomères qui constituent en moyenne la chaîne du polymère.

Les éthers de cellulose (EC) de type **MHEC** et **MHPC** sont des **polymères hydrosolubles dits associatifs** présentant une chaîne principale hydrophile (et des groupements hydrophobes. Lorsqu'une concentration critique est atteinte, en milieu aqueux, les chaînons hydrophobes s'associent pour former un réseau réticulé qui limite leur contact avec l'eau [POU 06], d'où leur dénomination de polymères associatifs. Enfin, la liaison de molécules d'eau aux chaînes hydrophiles et la structuration du réseau entraînent son gonflement. Le **réseau gélifié** (cf. Figure I.36 a et b) ainsi formé est à la base des modifications importantes, notamment rhéologiques, que peuvent apporter les EC lorsqu'ils sont associés au ciment.

III.2.2.b. Action des éthers de cellulose dans un mortier

Plusieurs travaux ont démontré la grande aptitude des éthers de cellulose à améliorer la rétention en eau des ciments et des mortiers monocouches [POU 06, BRU 11, PAT 11], propriété directement liée à l'aptitude du mortier à éviter la filtration de son eau de constitution soumise à pression capillaire. Comme rappelé par plusieurs auteurs [KHA 98, PAT 11, BRU 11], la **rétention en eau R** d'un mortier est fortement liée à la **viscosité μ** du fluide interstitiel qui le compose. Selon la **loi de Darcy** (cf. §I.4.1.b), la vitesse de filtration du liquide interstitiel soumis à un gradient de pression est en effet inversement proportionnelle à μ . L'aptitude de mortiers adjuvantés à résister à la succion exercée par un support poreux a été mise à jour par Patural [PAT 11] qui a étudié par RMN le transfert d'eau entre un mortier et un support poreux en plâtre. A des niveaux de concentration de 0,27% en masse par rapport aux poudres (mortier CeREM), l'auteur montre toutefois que les transferts aqueux sont juste déphasés dans le temps.

Par ailleurs, le caractère amphiphile des molécules d'éthers de cellulose fait d'elles des molécules tensioactives, conduisant ainsi à une réduction de la tension superficielle γ_{LG} du liquide interstitiel pouvant descendre jusqu'à 42mN.m⁻¹ [BUL 12]. Or, la **loi de Kelvin-Laplace** montre que la diminution de la tension superficielle d'un liquide diminue réciproquement la pression capillaire P_C (cf. §I.4.1.a). Cette diminution de la pression capillaire induirait par ailleurs des capacités accrues de résistance à la filtration et de rétention en eau de la pâte considérée.

Les récents travaux de Bentz et al. [BEN 09] ont également montré l'**aptitude de certains viscosants à réduire la diffusion ionique**, notamment les ions calcium Ca^{2+} , et particules en suspension dans le liquide interstitiel. Ils jouent là un rôle de barrière de diffusion. Le principe physique de base sur lequel repose ce phénomène, détaillé au §I.4.2.b, est la loi de la cinétique de Einstein-Smoluchowski qui définit le mouvement Brownien. Les lois qui en découlent induisent qu'une augmentation de la viscosité du fluide interstitiel est à l'origine d'une diminution inversement proportionnelle de la diffusion particulière [EIN 05]. C'est cette propriété qui explique notamment l'intérêt porté aux molécules d'EC, ou d'autres viscosants, pour limiter la diffusion des chlorures et ainsi augmenter la durabilité des bétons [BEN 09, RAM 12].

Néanmoins, plusieurs auteurs ont montré que la **capacité des molécules à agir comme barrière de diffusion dépend de leur taille** [SHI 99, BEN 09]. Ils démontrent ainsi que seules les molécules présentant de faibles masses moléculaires (≈ 1000) permettent réellement au liquide interstitiel de suivre la loi de Stokes-Einstein. La mobilité ionique dans les solutions contenant des viscosants à plus fortes masses moléculaires serait en revanche indépendante de la viscosité de celle-ci. Shimizu et al. [SHI 99] présentent deux théories qui permettent d'expliquer que le viscosant à large chaîne ne joue pas le rôle de barrière de diffusion: les théories du volume libre et de l'obstruction. A très faible dosage, ces molécules possèdent en effet l'aptitude d'augmenter largement la viscosité mais les espaces laissés entre les chaînes n'empêcheraient pas la diffusion ionique.

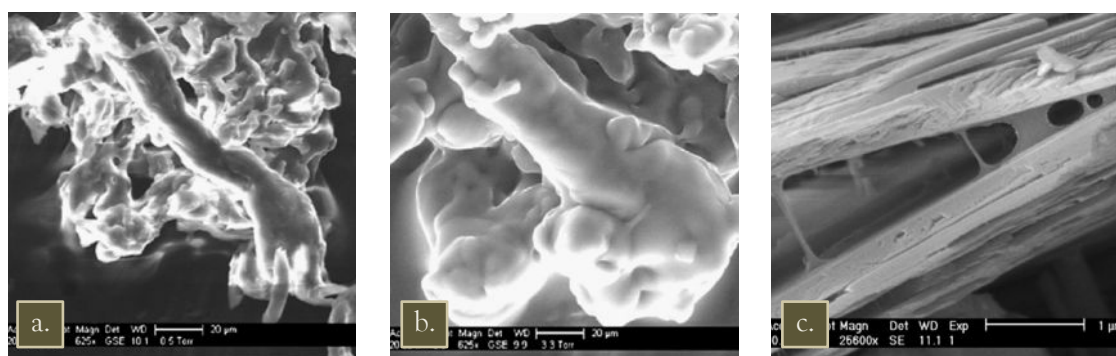


Figure I. 36. Clichés au MEB en électrons secondaires montrant l'aptitude d'un MHEC sec (a) à gonfler lorsqu'il est placé à 60%HR (b) [BUL 12] et à lier entre eux des cristaux de Portlandite dans un ciment (c) [KNA 09].

L'observation faite par Shimizu et al. n'a cependant été effectuée que dans des solutions aqueuses contenant des viscosants libres de s'agglomérer. Il s'agit donc d'un **milieu non confiné**, ce qui n'est pas le cas dans une pâte de ciment. Or plusieurs auteurs rapportent l'aptitude des grains de ciment à adsorber en surface des molécules d'éther de cellulose [BRU 11, PAT 11]. Brumaud [BRU 11] observe que généralement la quantité de polymère adsorbé en surface des particules de ciment est proportionnelle au dosage en EC. Pour les MHEC et MHPC qu'elle étudie, l'auteur mesure une proportion de molécules adsorbées sur les grains de ciment allant jusqu'à 20% pour un ciment à la

finesse Blaine de $3500\text{cm}^2.\text{g}^{-1}$. Cette adsorption est possible du fait du caractère polaire des molécules d'EC qui peuvent se greffer sur les particules de ciments recouvertes d'ions calcium Ca^{2+} chargés positivement. L'auteur estime que le degré de substitution DS qui permet une polarité maximale de l'EC en solution est d'environ 1,2.

De la même manière que les EC polaire peuvent se greffer sur les cations Ca^{2+} présents en surface des grains de ciments, plusieurs auteurs [DUP 99, BOH 01] avancent une possible chélation des ions Ca^{2+} dans la structure des EC, au même titre que dans les pectines [SED 07-2] ou dans certains sucres [POU 06-2]. Pour Pourchez et al. [POU 06-2], cette fixation du calcium, si elle a lieu, est négligeable.

Knapen et al. [KNA 09] montrent enfin l'aptitude d'un éther de cellulose de type MHEC à assurer une liaison physique entre des plaquettes de Portlandite (cf. Figure I. 36c). Ces auteurs expliquent que le rôle d'agent liant joué par le MHEC permet une amélioration de la cohésion interne du ciment adjuvanté, et diminue notamment les fissures internes à la matrice.

III.2.3. Bilan sur l'approche consistant à adjuvanter le liant

Le récapitulatif des études menées sur l'adjuvantation des liants pour améliorer la qualité de prise des mélanges ciment/bois ont permis de tester un nombre important d'accélérateurs de prise. Dans ce travail, le liant qui est utilisé (cf. Chapitre V) mélange uniquement de la chaux et de la ponce. Il fait donc prise uniquement grâce à une réaction pouzzolanique lente pour laquelle quelques accélérateurs seront testés, toujours dans le Chapitre V. Néanmoins, une autre approche est possible en considérant que les échanges en eau entre le liant et les particules végétales sont à la base de la plupart des problèmes d'interface, comme nous l'avons vu au SI et II. Pour résoudre ces désagréments, une adjuvantation spécifique avec des éthers de cellulose (EC) représente une solution séduisante. Les travaux répertoriés orientent notre choix vers un EC de type MHEC et possédant un degré de substitution DS proche de 1,2. Les hypothèses de fonctionnement de ces molécules dans une pâte de liant cimentaire, basées sur la bibliographie, sont décrites dans la Figure I. 37.

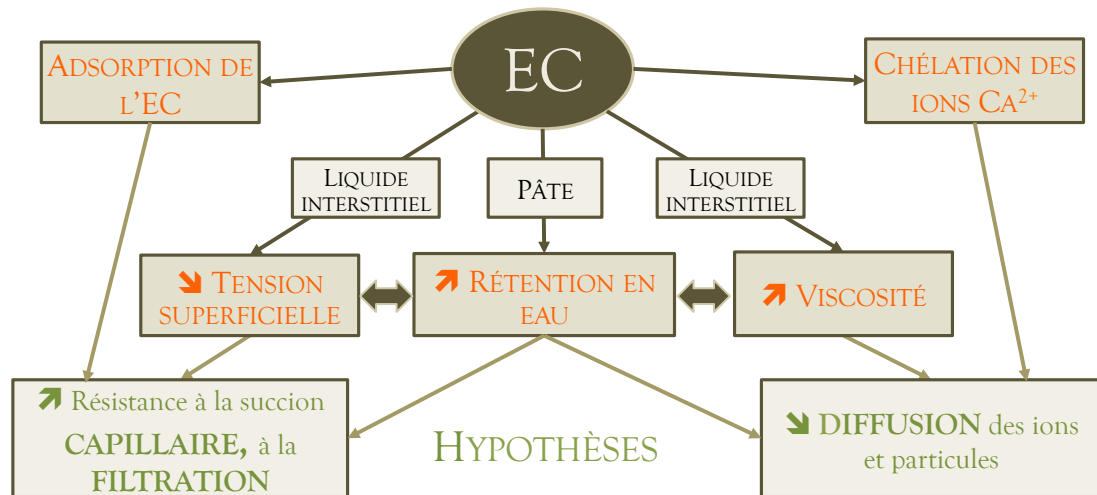


Figure I. 37. Hypothèses de fonctionnement d'un EC en milieu cimentaire basé sur l'analyse de la bibliographie.

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

L'analyse bibliographique présentée au cours de ces deux chapitres correspond à deux niveaux d'objectifs et de problématiques de travail. Ces deux axes peuvent être identifiés de la manière suivante:

✂ **Axe 1 :** Elaboration d'agrobétons constitués de sous-produits agricoles et d'un liant pouzzolanique issu des ressources volcaniques locales répondant aux critères de la construction en béton de chanvre.

✂ **Axe 2 :** Observation, analyse et amélioration de l'interface formée entre un liant minéral et une particule lignocellulosique poreuse et hydrophile (Chapitre II de l'analyse bibliographique).



AXE 1

Ce premier axe de recherche a pour objectif **l'élaboration de bétons de végétaux lignocellulosiques (agrobétons) utilisant les ressources disponibles à l'échelle de la région Auvergne**. Il s'agit également du support d'étude pour étudier les problématiques du second axe de recherche. Il s'organise autour de trois points.

Tout d'abord, sélectionner les ressources lignocellulosiques issues de l'agriculture locale qui répondent à des critères de disponibilité et d'alternative technique à la chènevotte. La problématique à laquelle il faudra répondre est la suivante :

✂ *Quels critères de sélection et quelles propriétés du granulat (porosité, absorptivité en eau...) prendre en compte pour anticiper l'utilisation d'une ressource lignocellulosique ?*

Une phase d'élaboration et de faisabilité d'un liant issu majoritairement de ressources minérales volcaniques sera ensuite abordé. Ce liant devra avoir un impact environnemental plus favorable que les liants utilisés actuellement dans les bétons de chanvre, qui représentent plus de 90% des GES émis pour la fabrication, l'acheminement et la mise en œuvre de ce matériau [BOU 06]. En terme de propriétés, la bibliographie ne donne pas d'éléments suffisants pour orienter les choix vers un liant adapté :

✂ *Quels critères techniques (mécanique, rhéologie, porosité...) prendre en compte pour juger qu'un liant est adapté à l'élaboration d'agrobétons ?*

La dernière phase de cet axe consistera à fabriquer à partir des ressources végétales sélectionnées et du liant élaboré des agrobétons qui répondent aux critères fixés par les règles professionnelles de la construction en chanvre [FFB 09] :

✂ *Les ressources sélectionnées pour leur similitude avec la chènevotte permettent-elle l'obtention d'agrobétons aux propriétés (mécaniques, thermiques) similaires à celles des bétons de chanvre ?*

✂ *Le liant élaboré permet-il la fabrication d'agrobétons aux propriétés similaires à celles des liants commerciaux ?*

AXE 2

Ce **second niveau de problématiques**, basées sur le travail bibliographique du Chapitre II, vise à proposer une nouvelle démarche de conception des bétons de végétaux lignocellulosiques axée sur la compréhension et l'amélioration de l'interface liant/végétal (cf. Chapitre VI et VII). Une problématique générale peut dès lors être posée :

❧ *Quel est l'intérêt de considérer les agrobétons comme des matériaux composites multi-interfaces ?*

L'analyse bibliographique a notamment permis d'identifier que la création d'une interface de qualité se joue à court terme, l'adhésion liant/minéral étant un processus dynamique qui dépend des échanges et interactions interfaciales. Néanmoins, aucune technique de mesure simple ne permet l'évaluation de cette adhésion dans les premières heures suivant le gâchage:

❧ *Comment caractériser à court et moyen terme l'adhésion entre un liant minéral et une particule végétale ductile et hydrophile ?*

A plus long terme, l'interaction entre une pâte de liant et une particule végétale engendre généralement la création d'une Zone de Transition Interfaciale (ZTI) qui est le reflet des échanges complexes entre ces deux milieux.

❧ *Quelles méthodes employer pour observer et analyser correctement la ZTI entre un liant minéral et une particule végétale ductile et hydrophile ?*

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques de bétons mélangeant des granulats ou fibres végétales lignocellulosiques et un liant minéral de type cimentaire, la bibliographie fait état principalement de modifications ou de traitements effectués sur le végétal. L'objectif est de compatibiliser les granulats avec le liant en diminuant leur capacité d'absorption en eau, leur état de surface, leur teneur en polysaccharides extractibles ou encore leur aptitude au gonflement. Néanmoins, ces traitements s'avèrent souvent coûteux en terme énergétique, monétaire et d'impact environnemental. Au vu des travaux déjà réalisés, il a été décidé d'expérimenter des traitements à la chaux et à l'huile de lin modifiant peu la masse des granulats (cf. **Chapitre VI**).

❧ *Est-ce que ces traitements sont réellement un moyen d'améliorer l'interface liant/végétal et les propriétés finales de l'agrobéton élaboré ?*

Pour compléter l'approche, il a été choisi de travailler à une adjuvantation spécifique du liant (cf. **Chapitre VII**). L'analyse effectuée au Chapitre II soulève un point intéressant : **la plupart des problèmes interfaciaux observés dans les bétons de végétaux ont une origine commune, les échanges en eau**. Les adjuvants qui semblent les plus adaptés à résoudre ce type de problèmes s'avèrent être les rétenteurs d'eau. Depuis

quelques années, un nombre de travaux croissants s'intéresse plus particulièrement à l'utilisation de molécules d'éthers de cellulose en ajout dans le ciment.

✎ *La régulation des échanges aqueux grâce à l'utilisation d'un rétenteur d'eau est-elle un bon moyen d'améliorer l'interface liant/végétal, et ainsi d'élaborer des agrobétons aux propriétés mécaniques accrues?*

✎ *Si tel est le cas, quels sont les mécanismes prédominants permettant d'expliquer cette amélioration ?*

✎ *Quelles quantités d'adjuvant rétenteur d'eau faut-il utiliser pour atteindre des propriétés appréciables ?*

Les agrobétons mis en forme par compactage, manuel ou mécanique, présentent une orthotropie structurelle [NGU 09-1]. Il est dès lors possible d'étudier les propriétés mécaniques ou thermiques de ces matériaux orientés dans différentes directions [HUS 08, NGU 09-1, MOU 09]. La qualité des interfaces et les directions de sollicitation mécanique des particules végétales, également anisotropes [FRI 05], devraient en effet jouer un rôle non négligeable sur ces propriétés.

✎ *Quelle est l'influence de l'orthotropie générée par le compactage et de l'amélioration de l'interface sur les propriétés mécaniques et thermiques des agrobétons ?*

PARTIE 2 : SELECTION,
TRANSFORMATION ET
CARACTERISATION DES MATIERES
PREMIERES

CHAPITRE III : METHODES DE CARACTERISATION

CHAPITRE IV : CARACTERISATION EXPERIMENTALE DES
MATIERES PREMIERES

CHAPITRE III: METHODES DE CARACTERISATION

L'élaboration d'Agrobétons est très spécifique dans le sens où elle nécessite le mélange de matériaux de deux origines très différentes : minérale et végétale. De ce fait, la caractérisation de ces matières nécessite l'utilisation de techniques adaptées. Le présent chapitre est l'occasion de préciser successivement les méthodes utilisées dans ce travail pour caractériser le liant minéral et les granulats végétaux.

I. METHODES DE CARACTERISATION DES MATIERES PREMIERES MINERALES ET DU LIANT

I.1. MATIERES PREMIERES MINERALES

I.1.1. Masse volumique en vrac et absolue

Les mesures de masse volumique ont nécessité l'étuvage préalable des poudres pendant 48 heures à 105°C. Une balance d'une résolution de 0,1g a servi aux pesées.

La **masse volumique en vrac** des poudres est mesurée à l'aide d'un récipient de 1 litre dans lequel est déversée, sans être tassée, la poudre à analyser. La mesure est réalisée trois fois sur chacun des matériaux.

La **masse volumique absolue** a été évaluée grâce à la méthode du pycnomètre (cf. Figure II. 1). L'eau a été utilisée comme solvant, les matières premières prises séparément n'étant pas hydrauliques.

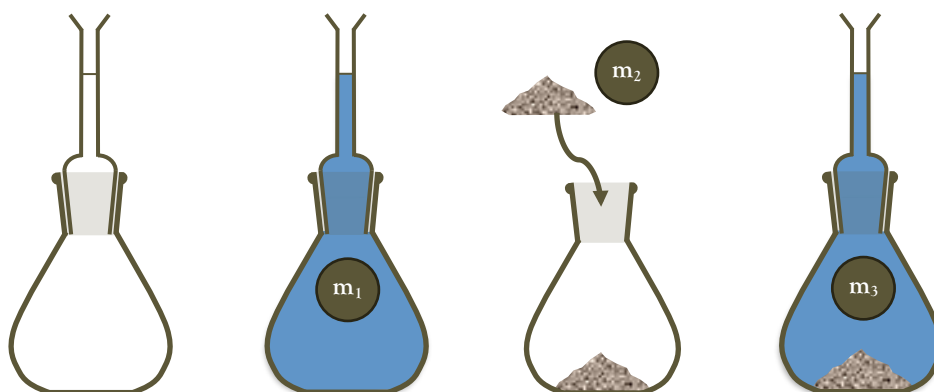


Figure II. 1. Schéma descriptif de la mesure de la densité absolue par la méthode du pycnomètre

Connaissant les masses m_1 , m_2 et m_3 , la masse volumique absolue du ciment est calculée à partir de la relation suivante :

$$\rho_S = \frac{m_2}{V_p} = \frac{m_2 \cdot \rho_{EAU}}{m_1 + m_2 - m_3} \quad \text{Eq. II. 1.}$$

- ✂ m_1 : Masse du pycnomètre rempli d'eau jusqu'au trait de jauge ;
- ✂ m_2 : Masse de poudres préalablement étuvées (100g) ;
- ✂ m_3 : Masse du pycnomètre rempli d'eau jusqu'au trait de jauge et contenant les poudres ;
- ✂ V_p : Volume intrinsèque des poudres.

I.1.2. Taille des poudres

I.1.2.a. Granulométrie laser

La granulométrie des poudres utilisées pour l'élaboration d'un ciment pouzzolanique a été obtenue sur un appareil Mastersizer Micro de Malvern Instruments. La gamme de mesure de cet appareil s'étale de 0,3 à 300 μ m, ce qui correspond à la gamme de mesure des ciments usuels.

I.1.2.b. Surface spécifique BET

La surface spécifique BET a été analysée sur un dispositif ASAP 2020 de Micromeritics (Laboratoire des Matériaux Inorganiques, Clermont-Ferrand). Trois échantillons ont été testés pour chaque poudre à analyser.

I.1.3. Caractéristiques électrostatiques, minéralogiques et chimiques

I.1.3.a. Potentiel Zeta

Lorsqu'une particule chargée est plongée dans une solution électrolytique, il se forme autour d'elle une **double couche électrique** (cf. Figure II. 2a). Si la surface de cette particule est chargée négativement, une première couche d'électrons chargés positivement (cations) viens se greffer en surface, et inversement. Cet amas d'électrons est appelé **couche de Stern** et possède une forte énergie de liaison avec la particule. Un second étage électronique, la **couche diffuse**, est constitué d'électrons ayant une énergie de liaison avec la particule d'autant plus faible qu'ils en sont distants. Lors d'un mouvement de la particule dans l'électrolyte, seule la couche de Stern et une partie de la couche diffuse forment avec elle une entité stable. La limite ainsi formée au sein de la couche diffuse est appelée plan de cisaillement. Son potentiel électrique, induisant une répulsion électrostatique (cf. Figure II. 2c), est lui appelé **potentiel Zeta ζ** [SUR 10].

Si des particules en suspension possèdent un potentiel Zeta largement positif (>30mV) ou négatif (< -30mV), alors la suspension sera stable. Si au contraire ces particules on un ζ proche de 0, alors elles auront tendance à flocculer. Il existe trois types de méthodes pour modifier la stabilité d'une suspension :

✂ **Ajouter des polymères qui vont pouvoir être adsorbés** à la surface des particules et engendrer une **répulsion dite « stérique »** entre particules (cf. Figure II. 2b). Il s'agit notamment de l'effet escompté des superplastifiants dans les ciments.

✂ **Modifier la répulsion électrostatique** (cf. Figure II. 2c) en modifiant le pH, en introduisant des cations pour neutraliser la charge de surface ou en augmentant la salinité. Il s'agit par exemple de l'effet d'une base ajoutée à la solution dans laquelle se trouvent les particules.

✂ **Piéger les particules dans un précipité.**

L'étude du potentiel Zeta du ciment a commencé pendant la deuxième moitié des années 1980 avec les travaux de Nagele [NAG 85]. Il faudra néanmoins attendre la fin des années 90 et de nouveaux développements technologiques pour que la mesure du potentiel Zeta soit utilisée comme méthode d'adjuvantation cimentaire [UCH 97]. Elle est aujourd'hui un des outils privilégiés pour tester les superplastifiants [PAL 09, SRI 10] ou les viscosants [IZA 10].

Le potentiel Zeta des particules a été mesuré à l'aide d'un appareil Zetasizer Nano ZS de Malvern Instruments. Le protocole ayant été mis au point pour préparer les solutions est détaillé en Annexe B:2.

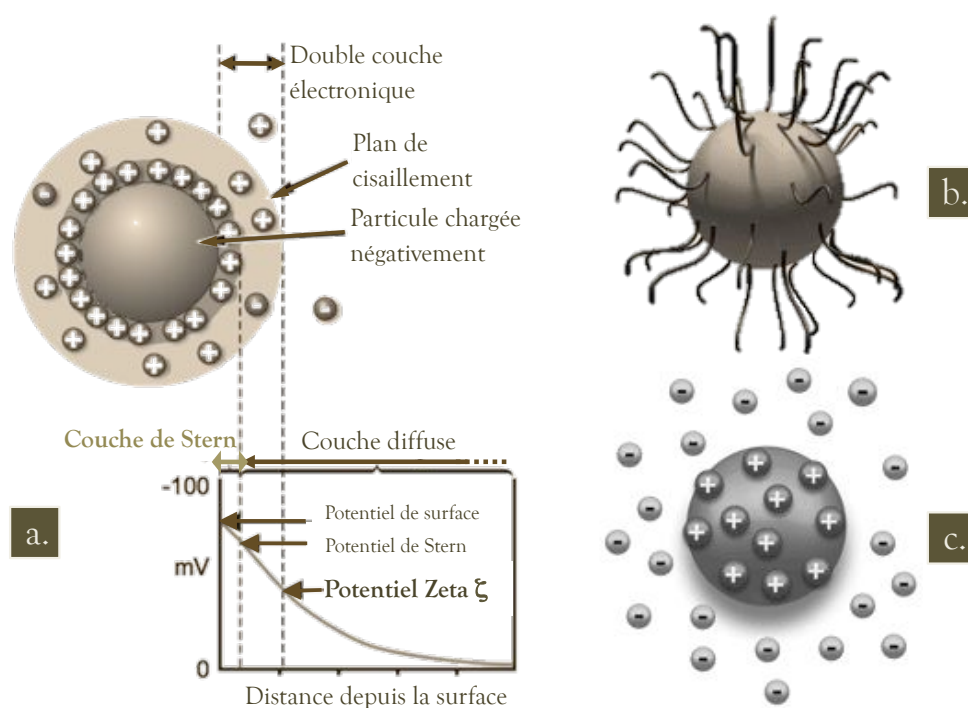


Figure II. 2. Schéma représentant les différentes couches électroniques organisées autour d'une particule en suspension chargée négativement (a). Représentation de deux types de répulsions possibles : stérique (b) et électrostatique (c) (Source : www.malverninstruments.fr)

I.1.3.b. Diffraction X

Les analyses en diffraction des rayons X ont été réalisées sur un dispositif PANalytical XpertPro (Laboratoire des Matériaux Inorganiques, Clermont-Ferrand). Les poudres sont broyées dans un ensemble mortier/pilon avant d'être montées sur une plaque de verre et analysées.

I.1.3.c. Composition chimique

Ce type de caractérisation n'a pas été réalisé pendant la thèse. Les analyses de la ponce du Cheix proviennent de précédentes thèses [PIC 92, BES 78], celles des autres matières étant établies par les fournisseurs.

I.2. PATE FRAICHE

L'utilisation d'un liant minéral pour l'élaboration de bétons de végétaux nécessite une caractérisation préalable à l'état frais. C'est d'autant plus fondamental que l'influence des propriétés de la pâte sur le matériau final (agrobéton) ainsi que celle des adjuvants n'ont été que peu abordés. Les caractéristiques essentielles à mesurer restent donc à déterminer.

I.2.1. Formulation et préparation des pâtes

I.2.1.a. Formulation de la pâte

Cette partie fait l'objet du Chapitre V qui rapporte les expérimentations et lectures bibliographiques ayant permis la sélection d'un liant de base pour la confection de bétons de végétaux. Notons toutefois que la majeure partie des résultats (Chapitre VI et VII) a été obtenue à partir de la formulation détaillée dans le **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

Tableau II. 1. Composition en masse volumique équivalente du liant de référence

	POUDRES		Na_2SO_4	Eau de gâchage	ρ_{PATE}	ρ_{SEC}^*
	Ponce du Cheix	CL90				
Composition en g pour 100g de poudres	80	20	4	50	-	-
Masse volumique (kg.m^{-3})	866	217	43	541	$1667 \pm 5^{**}$	1138 ± 5

* La masse volumique sèche est obtenue après étuvage à $105 \pm 0,1^\circ\text{C}$ d'éprouvettes âgées de 60 jours.

** Ecart-type 2σ (95%)

I.2.1.b. Préparation des pâtes

Tableau II. 2. Protocole de préparation des pâtes de liant

Opération	Durée	Malaxeur
I. Homogénéisation des poudres		
I.1. Pesée des poudres et adjuvants dans la cuve du malaxeur	-	A l'arrêt
I.2. Malaxage à sec	5min	En marche
II. Dissolution du Na_2SO_4 (ou du $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans l'eau de gâchage		
II.1. Pesée de l'eau et du Na_2SO_4 dans un récipient	-	A l'arrêt
II.2. Agitation jusqu'à dissolution	$\approx 5\text{min}$	En marche
III. Mélange de la pâte		
III.1. Introduction de l'eau de gâchage	15s	En marche
III.2. Malaxage de la pâte	4min45s	En marche

Les matières premières sont conservées en conteneur hermétique. La température de la salle de conservation est maintenue à $20 \pm 2^\circ\text{C}$. La pâte a été préparée en suivant la procédure décrite dans le Tableau II. 2.

I.2.1.c. Masse volumique apparente

La masse volumique apparente de la pâte a été déterminée à l'aide d'un récipient cylindrique de volume connu (0,5L). A la fin du malaxage, le récipient est rempli de pâte et vibré 30 secondes à une fréquence de 50Hz avant d'être arasé puis pesé. La masse volumique apparente (cf. Eq. II. 2) est la moyenne de trois mesures.

$$\rho_{\text{PATE}} = \frac{m_{\text{PATE}}}{V_{\text{RECIPIENT}}} \quad \text{Eq. II. 2.}$$

I.2.2. Mesure volumétrique du retrait au jeune âge (<48h)

La méthode choisie pour la mesure du retrait endogène au jeune âge (<48h), majoritairement dû au phénomène dit de contraction Le Chatelier, est la pesée dite hydrostatique. Cette méthode, utilisée et décrite dans de nombreux travaux [LOU 00, MOU 03, LUR 07], permet d'obtenir des informations sur la variation volumique d'une pâte pendant sa prise en mesurant la variation de la poussée d'Archimède.

La manipulation (cf. Figure II. 3) consiste à plonger dans un bain thermostaté à 20°C une membrane étanche préalablement remplie de pâte fraîche et reliée à une balance par une nacelle métallique. La masse de ce pendule est ainsi relevée de 0 à 48 heures, la balance étant reliée à un ordinateur par un câble RS232.

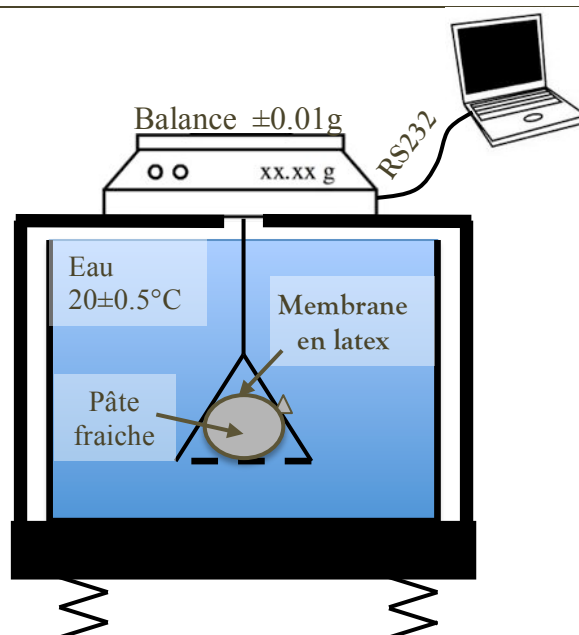


Figure II. 3. Schéma du dispositif de mesure du retrait endogène par pesée hydrostatique utilisé pour les mesures

Pour chaque mesure, 300 ± 10 g de pâte fraîchement malaxée sont introduits à l'aide d'un entonnoir dans la membrane. L'ensemble est vibré pendant 60s à 50Hz afin d'éliminer au maximum les bulles d'air. La membrane ainsi remplie est nouée à son extrémité en évacuant l'air résiduel et pesée à l'air libre (m_{AIR}). Elle est ensuite placée sur la nacelle immergée et la masse initiale sous eau relevée ($m_{EAU}(0)$). La mesure de $m_{EAU}(t)$ est ensuite effectuée de 0 à 48h.

Ces mesures permettent de calculer la variation volumique subie par la pâte au cours du temps :

$$\frac{\Delta V}{V_0}(t) = \frac{m_{EAU}(t) - m_{EAU}(0)}{m_{AIR} - m_{EAU}(0)} \quad \text{Eq. II. 3.}$$

Il est possible d'exprimer le retrait volumique en retrait linéique en considérant le caractère isotrope de cette propriété. L'expression qui permet de relier les deux retraits est la suivante :

$$\frac{\Delta l}{l_0}(t) = \frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V_0}(t) \quad \text{Eq. II. 4.}$$

Dans le but de limiter les erreurs de mesure relevées par plusieurs auteurs, dont l'ensemble est bien détaillé dans la thèse de Mounanga [MOU 03] à laquelle le lecteur peut se référer, les précautions suivantes sont prises :

- ✎ Prise de précautions lors de la fermeture de la membrane pour éviter l'enfermement d'air ;
- ✎ Vérification de l'étanchéité de la membrane après expérience ;
- ✎ Correction de la dérive de la balance.

L'artefact expérimental généré par le ressuage de la pâte, engendrant une surestimation du retrait, est négligé dans cette étude.

1.2.3. Rétention en eau

La rétention en eau d'une pâte désigne sa capacité à garder l'eau de gâchage qu'elle contient lorsqu'elle est placée en contact avec un support poreux générant une absorption capillaire. Etant donné les problèmes liés à l'absorption d'eau par les particules végétales, cette propriété pourrait s'avérer importante. L'essai utilisé est basé sur la norme ASTM C1506-08 [AST 03] qui consiste à appliquer une dépression de 50 mm de mercure durant 15 minutes sur une pâte de consistance normalisée (figure 35). La rétention en eau peut être ainsi écrite :

$$R = \frac{E - e}{E} \times 100 \quad \text{Eq. II. 5.}$$

- ↳ R : Rétention en eau [%]
- ↳ E : masse d'eau de gâchage [kg]
- ↳ e : masse d'eau perdue [kg]

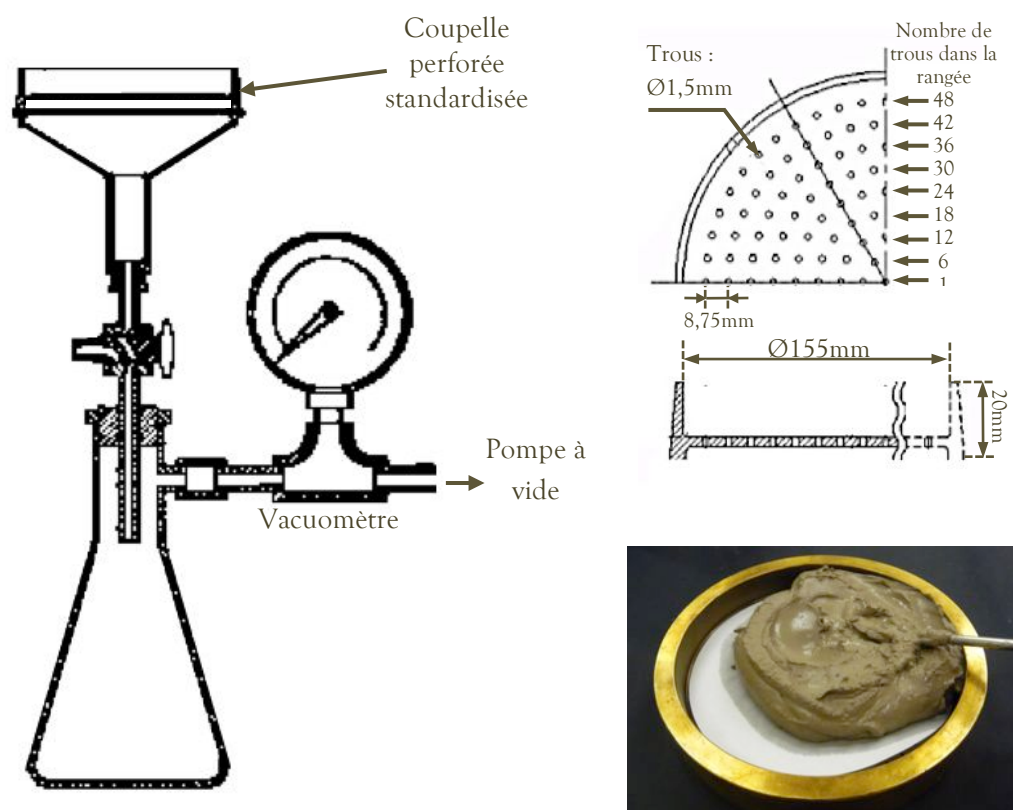


Figure II. 4. Schéma du dispositif de mesure de rétention en eau selon la norme ASTM [AST 03]

I.2.4. Propriétés de la phase aqueuse interstitielle

I.2.4.a. Prélèvement par centrifugation

Le prélèvement de la phase aqueuse interstitielle a été effectué par centrifugation de la pâte fraîche à une vitesse de 6000trs/min. La tension superficielle puis la viscosité de la solution obtenue est analysée immédiatement.

I.2.4.b. Tension superficielle

La tension de surface des centrifugats a été déterminée par la méthode de la lame de Wilhemy à l'aide d'un tensiomètre Krüss K12. L'expérience consiste à plonger une lame de platine rugueuse dans la solution liquide à étudier et mesurer la force F exercée sur celle-ci par le liquide (cf. Figure II. 5). Chaque solution a été testée 3 fois.

La lame, de dimensions connues, assure un mouillage parfait avec le liquide. La tension de surface liquide/gaz γ_{LG} peut dès lors être exprimée simplement:

$$\gamma_{LG} = \frac{F}{P \cdot \cos \theta} \sim \frac{F}{P} \quad \text{Eq. II. 6.}$$

- ⊗ γ_{LG} : Tension de surface du liquide avec le gaz environnant [N.m^{-1}];
- ⊗ P : Périmètre de mouillage [m]
- ⊗ F : Force exercée sur la balance [N]
- ⊗ θ : Angle de contact [$^\circ$]

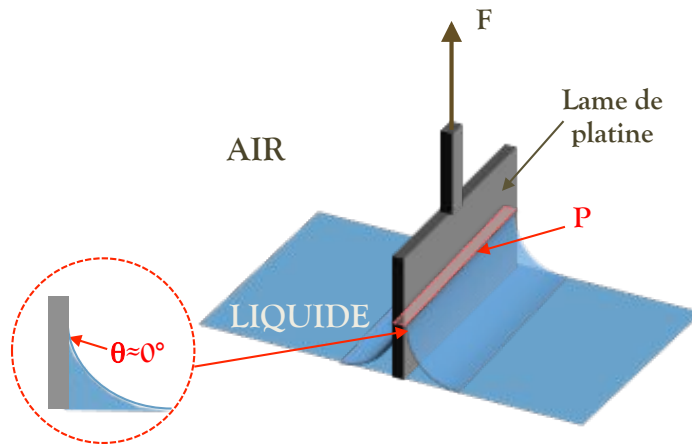


Figure II. 5. Schéma de principe de la mesure de tension de surface d'un liquide grâce à la lame de Wilhemy

I.2.4.c. Viscosité dynamique

A la suite des mesures de tension de surface, la viscosité dynamique η (unité : Pa.s) des centrifugats a été analysée à l'aide d'un rhéomètre de type couette (AR G2, TA Instruments). Après un premier cycle d'homogénéisation (consistant en une augmentation de la vitesse de 0,01 à 10), les mesures de viscosité ont été réalisées lors d'un second cycle faisant décroître la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ (unité : 1/s) de 10 à 0,01. Les relevés ont été effectués à vitesse constante sur 60s et à raison de 5 points de mesure par décile logarithmique. Pour chaque solution, l'opération a été renouvelée trois fois.

I.3. LIANT DURCI

I.3.1. Préparation standardisée des éprouvettes

I.3.1.a. Mise en forme

Les moules utilisés sont de dimension $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$. Leurs faces internes sont recouvertes d'un produit de démoulage préalablement à la mise en place de la pâte. Une fois la pâte préparée selon la méthode décrite précédemment (§ I.2.1), les trois alvéoles du moule sont remplies simultanément puis vibrées conformément à la norme NF P 18-421. La face supérieure des éprouvettes est ensuite arasée.

I.3.1.b. Conservation des éprouvettes

Après arasement, le moule est recouvert d'un film plastique étanche pour éviter toute évaporation. Le démoulage est effectué après 24 ± 2 h et les éprouvettes sont conservées sous plastique pour maintenir une hygrométrie supérieure ou égale à 95%. La conservation se poursuit jusqu'à la date des essais.

I.3.2. Porosité et comportement face à l'eau

I.3.2.a. Porosité accessible à l'eau et masse volumique apparente

La porosité accessible à l'eau est une mesure qui renseigne sur la porosité ouverte d'un béton, d'une roche... Elle n'apporte en revanche aucune information sur les tailles de porosités comme peuvent le faire la porosité mercure ou la méthode BET.

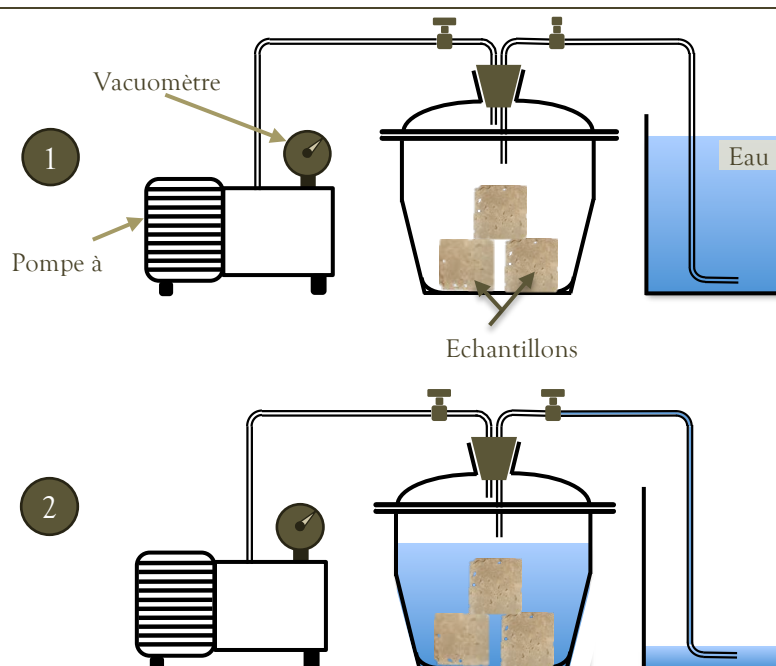


Figure II. 6. Schéma du dispositif de mesure de la porosité ouverte à l'eau des mortiers.

Les échantillons à analyser sont préalablement séchés à 105°C pendant 48h. Une pesée à la sortie de l'étuve permet d'obtenir la **masse sèche** m_{SEC} . Ils sont ensuite placés dans un dessiccateur relié à une pompe à vide et à un bac contenant de l'eau (cf. Figure II. 6). Une pression de 25mbar est appliquée pendant 4 heures, le robinet du circuit d'eau étant maintenu fermé (cf. Figure II. 6.1). Une fois le dégazage terminé, le robinet d'eau est ouvert afin de recouvrir les éprouvettes, toujours sous pression, de 2 centimètres d'eau environ (cf. Figure II. 6.2). Le vide est conservé 24h supplémentaires. Lorsque les échantillons sont retirés du dessiccateur, une pesée hydrostatique est immédiatement effectuée (m_{EAU}). Ils sont finalement essuyés puis pesés à l'air libre (m_{AIR}).

La porosité à l'eau est dès lors calculable à partir de la relation suivante :

$$n_{\text{OUV}} = \frac{m_{\text{AIR}} - m_{\text{SEC}}}{m_{\text{AIR}} - m_{\text{EAU}}} \quad \text{Eq. II. 7.}$$

I.3.2.b. Absorption d'eau par capillarité

L'essai d'absorption d'eau par capillarité permet suivre au cours du temps la propagation d'eau dans une éprouvette de liant dont la base est immergée dans ce fluide. Cette propriété est directement dépendante de la tension de surface du liant, du réseau et de la dimension de la porosité ouverte. Les bases scientifiques sont exposées dans la partie bibliographique (cf. Chapitre II:I.4). La méthode employée fait l'objet de la norme NF EN 1015-18 [AFN 03].

La mesure est réalisée sur des demi-éprouvettes de dimensions $40 \times 40 \times 80 \text{ mm}^3$ obtenue en sciant une éprouvette standardisée $40 \times 40 \times 160 \text{ mm}^3$. Chaque demi-éprouvette est séchée à 80°C en étuve pendant 48 heures avant expérience. La face sciée, qui sera en contact avec l'eau, est laissée intact tandis que toutes les faces latérales sont imperméabilisées à la paraffine.

Les demi-éprouvettes sont pesées avant essai (m_0) puis placées sur une grille posée dans un bac qui est rempli d'eau jusqu'à recouvrir la base des éprouvettes d'une hauteur $h_0 = 1 \pm 0,5 \text{ mm}$ (cf. Figure II. 7). Le niveau d'eau est maintenu constant tout au long de l'expérience grâce à l'utilisation d'un couvercle évitant toute évaporation. La température est fixée à $20 \pm 1^\circ\text{C}$, une augmentation entraînant par exemple une diminution de la viscosité et de la tension superficielle air/eau. Cela engendrerait une accélération du processus d'imbibition par capillarité.

La masse $m(t)$ des demi-éprouvettes, préalablement essuyées, est pesée à des échéances successives de 5, 15, 30, 45 et 60 minutes. En parallèle, la hauteur de frange capillaire $h(t)$ correspondant au front de propagation de l'eau peut être relevée en effectuant une moyenne sur les quatre faces.

Les mesures permettent de définir un coefficient d'absorption capillaire C_A :

$$\frac{W(t)}{S} = \frac{m(t) - m_0}{S} = C_A \sqrt{t} \quad \text{Eq. II. 8.}$$

- ⌘ $W(t)$: Quantité d'eau absorbée à un instant t [g];
- ⌘ S : Surface de contact avec l'eau [m^2];
- ⌘ C_A : Coefficient d'absorption capillaire [$\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1/2}$]

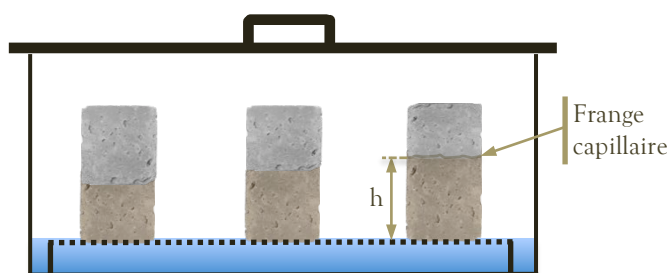


Figure II. 7. Schéma du dispositif de mesure d'absorption d'eau par capillarité

I.3.3. Analyse des produits formés

I.3.3.a. Diffraction X

Le dispositif utilisé est identique à celui décrit au §I.1.3.b. Les échantillons à analyser sont prélevés sur une éprouvette fraîchement cassée à l'aide d'une spatule. La matière ainsi obtenue est broyée dans un ensemble mortier/pilon avant d'être montée sur une plaque de verre et analysée.

I.3.3.b. Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique (ATG) repose sur la mesure des variations de masse d'un échantillon lorsque celui-ci est chauffé de 20°C à plus de 1000°C. En règle générale, on compare les résultats de l'ATG, exprimés en degrés, à leur dérivée dans le temps (DTG) qui offre une meilleure lecture des variations massiques. L'analyse des courbes ATG/DTG sera l'occasion d'une analyse qualitative des hydrates formés et de composés tels que l'hydroxyde de calcium et les carbonates.

L'appareil est un TA Instruments 2050 TGA permettant l'utilisation de nacelles en platine d'une capacité de 100mg. La plage de température s'étend de 0 à 900°C, recouvrant ainsi les décompositions des produits recherchés (CSH, CaCO_3 , Ca(OH)_2). Afin d'éviter toute carbonatation accélérée sous air dans l'enceinte, la mesure est réalisée sous bain d'azote. La montée en température est effectuée à une vitesse de 10°C/min.

Pour l'analyse des produits d'interface dont on dispose de faibles quantités, des prélèvements de 10mg ont été effectués en grattant les surfaces à prélever (matrice à cœur, matrice à l'interface, ...) puis broyées avant d'être analysés.

I.3.3.c. Infrarouge à Transformée de Fourier (Transmission)

L'analyse des poudres par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier ce fait classiquement grâce à la technique par transmission du rayonnement IR. Le dispositif utilisé est un Nicolet Magna IR 600 (Laboratoires des Matériaux Inorganiques, Clermont-Fd) dans la plage de nombre d'ondes de l'Infrarouge moyen (4000 à 400 cm^{-1}). La méthode en transmission nécessite l'élaboration préalable de pastille comprenant 200mg

de KBr pour 2mg des poudres à étudier. La méthode prélèvement des poudres est identique à celle de l'analyse thermogravimétrique.

I.3.3.d. Microscopie électronique à balayage

Les analyses en microscopie électronique à balayage des liants ou éprouvettes incluant du liant ont été réalisées en électrons secondaires et rétrodiffusés sur un dispositif JEOL JSM-5910LV (Laboratoire Magma et Volcans, Clermont-Ferrand). Des analyses chimiques ponctuelles ou des cartographies élémentaires ont fait l'objet d'une analyse en diffraction des rayons X (EDX) sur un équipement PGT Prism.

I.3.4. Propriétés intrinsèques

I.3.4.a. Compression simple

Des tests de compression ont été réalisés après découpe d'éprouvettes 40x40x160mm. Trois cubes de dimension 40x40x40mm³ ont été compressés à chaque échéance (7, 28 et 60jours) sous une charge croissante de 2,4±0,2kN/s selon la norme EN 196-1.

I.3.4.b. Propriétés thermiques

Les dispositifs de mesure de la **conductivité thermique** (fil chaud) et de l'**effusivité thermique** (plan chaud) sont décrits au §III.2.2. Dans le cas spécifique des pâtes de liants, deux éprouvettes Ø110x60mm³ ont été confectionnées pour chaque liant, maintenues 28 jours en conditions endogènes puis placées en étuve à 60°C jusqu'à stabilisation de la masse des éprouvettes (variation <1% pendant 24h). Trois mesures ont été effectuées au fil chaud et au plan chaud avec des puissances respectives de 0,3W et 1,8W.

II. METHODES DE CARACTERISATION DES GRANULATS VEGETAUX

Les techniques de caractérisation des granulats végétaux dispersés ne font à l'heure actuelle l'objet d'aucune normalisation. La mise en place de méthodes communes aux acteurs scientifiques du domaine est néanmoins en cours de réalisation au sein du comité technique de la RILEM¹⁸ « Bio-aggregates based Building Materials » (TC 236 BBM). Depuis la mise en place au niveau français d'un « label granulat chanvre », l'association Construire en Chanvre préconise des protocoles (masse volumique en vrac, granulométrie, ...) aux laboratoires certificateurs.

II.1. CONDITIONS DE STOCKAGE

En comparaison des granulats minéraux peu poreux, les granulats lignocellulosiques font figure de véritables « éponges ». Ils possèdent généralement une capacité d'absorption d'eau liquide mais aussi d'eau capillaire très importante [ROW 05]. Il en résulte une forte influence du milieu de stockage sur les propriétés qui vont être mesurées : teneur en eau, gonflement, absorption en eau...

Afin de se prémunir de ce problème, les granulats sont stockés dans des conditions d'humidité proches de celles du climat clermontois : **$20 \pm 2^\circ\text{C}$ et $35 \pm 5\%\text{HR}$** (**conditions standard**). Pour chacun des granulats, une quantité d'eau capillaire non négligeable W est emmagasinée dans le matériau. Il est par moment nécessaire de travailler avec un granulat séché en étuve pour déterminer certaines propriétés telles que les masses volumiques caractéristiques. Les expériences relatées dans les deux points ci-dessous ont conduit à choisir un **séchage à une température de $60 \pm 0,1^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $2,8 \pm 0,5\%\text{HR}$ pendant 48h.**

II.1.1. Température de séchage

Classiquement, les granulats minéraux dont on souhaite mesurer des propriétés telles que les masses volumiques, les porosités [AFN 98] ou l'absorption en eau [AFN 01] sont préalablement étuvés à 105°C . Dans le cas des granulats végétaux dispersés, aucun consensus n'est réellement effectué concernant la température de séchage à utiliser. Ainsi, différentes températures de séchage ont été utilisées avec des produits lignocellulosiques, particulièrement le chanvre :

- ✶ 103°C [MAG 10, NIK 10] ;
- ✶ 80°C [ARN 12] ;
- ✶ 60°C [CER 05, SAM 08].

¹⁸ RILEM : Réunion Internationale des Laboratoires d'Essais et de recherches sur les Matériaux de construction.

Dans le cadre de ce travail, il a été observé des modifications irréversibles de la structure de la moelle de tournesol au-dessus de 60°C, traduites notamment par un changement de coloration. Une étude a donc été menée sur l'influence de la température sur la teneur en eau des granulats avec les températures utilisées dans les précédentes études.

Les mesures ont été réalisées en désorption avec des paliers successifs à 60°C, 80°C et 103°C de 48 heures (cf. Figure II. 23a). Les humidités relatives dans l'étuve ont été mesurées à l'aide d'un hygromètre d'une précision de $\pm 0,1\%$. Les humidités relatives correspondant aux températures de 60°C, 80°C et 103°C dans l'étude considérée sont respectivement 2,8%, 1,2% et 0%. On s'aperçoit qu'un séchage d'une durée de 48h à 60°C permet de stabiliser les granulats à une teneur en eau d'environ 1,25%, ce qui représente 10% de l'eau stockée dans le granulat à une humidité de 50%HR. Seul un séchage au-dessus de 100°C permet l'évacuation de la quasi-totalité de l'eau libre mais présente l'inconvénient de dégrader de manière irrémédiable des particules issues du broyat de tournesol (coloration, texture, volume...).

Sur la base de ces éléments, un **séchage à 60°C**, correspondant à une humidité de **2,8%HR**, a été considéré dans la suite des expériences comme représentant **l'état sec des granulats végétaux**.

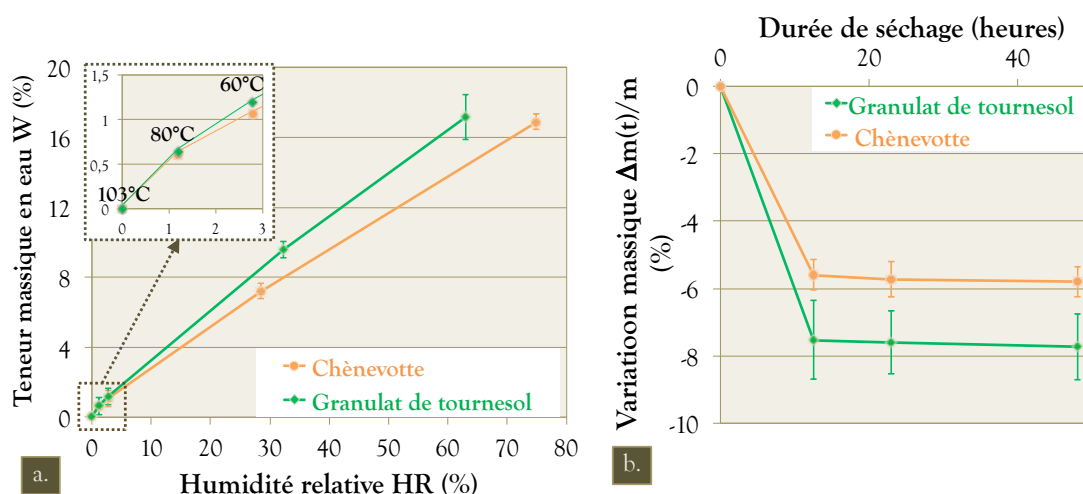


Figure II. 8. Courbe de désorption des granulats et influence de la température de séchage et de l'humidité relative sur la teneur en eau (a). Courbe de séchage à 60°C des granulats jusqu'à 48 heures (b).

II.1.2. Validation de la durée de séchage

Afin de valider la durée de séchage, trois échantillons de 50g ont été placés dans une étuve à 60°C pendant 48 heures, l'évolution de leur masse étant relevée après 12, 24 et 48h. Le résultat de l'expérience (cf. Figure II. 8b) pour les granulats de chènevotte et de tournesol montre une très faible variation de masse entre 12 et 48 heures. Il a donc été

considéré qu'un **séchage d'une durée de 48h** en étuve représentait une durée suffisante pour atteindre un équilibre hydrique.

II.2. MASSES VOLUMIQUES ET POROSITES

II.2.1. Taux d'humidité des particules

Le **taux d'humidité W_0** contenu dans les particules a été déterminé en plaçant dans une étuve ($60\pm 0,1^\circ\text{C}$, $2,8\pm 0,5\%\text{HR}$) trois échantillons distincts de 100g de granulats conservés au préalable à $20\pm 2^\circ\text{C}$ et $35\pm 5\%\text{HR}$.

II.2.2. Masse volumique en vrac

La **masse volumique sèche en vrac $\rho_{\text{vo-P}}$** peut être déterminée de façon répétable et reproductible sur des granulats végétaux dispersés issus de plantes à tige. Dans le cas précis du chanvre, il s'agit de l'unique mesure fournie par le chanvrier aux utilisateurs. Il existe une procédure commune aux laboratoires certificateurs de Construire en Chanvre.

La mesure est réalisée dans un récipient cylindrique d'une contenance de 10 Litres dont la plus petite dimension est au moins cinq fois supérieure à la plus longue particule. Les **granulats végétaux (préalablement séchés à $60\pm 0,1^\circ\text{C}$ et $2,8\pm 0,5\%\text{HR}$) sont déversés manuellement sans être tassés dans le récipient** et la surface arasée. Trois pesées sur des échantillons distincts sont effectuées.

II.2.3. Masse volumique réelle de plaquettes

Concernant cette mesure, elle s'avère très difficile sur un granulat déjà broyé à la géométrie extrêmement complexe. La **masse volumique réelle sèche** d'une particule $\rho_{\text{ro-P}}$ peut donc être seulement estimée. Nous proposons ici deux méthodes, chacune ayant ses inconvénients propres.

Cette méthode, déjà employée dans le cas du chanvre par Nguyen [NGU 09], consiste à mesurer les dimensions de particules prélevées directement sur des tiges. Dans les travaux de Nguyen, la mesure des dimensions est effectuée par analyse du contour de tige sur photographie. L'échantillon présente alors une géométrie parallélépipédique mesurable. Néanmoins, cette détermination est effectuée sur une matière non transformée et qui n'a donc pas subi d'écrasement partiel.

Le prélèvement des éprouvettes est effectué à l'aide d'un cutter dans le bois de la tige, les critères de sélection étant les suivants :

- ✎ Eprouvette plane ;
- ✎ Epaisseur comprise entre 2 et 3mm ;
- ✎ Pas de présence de nœuds sur le bois.

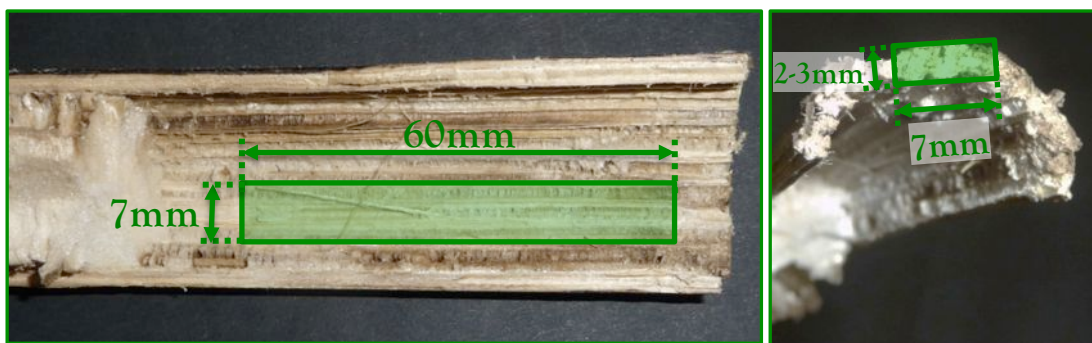


Figure II. 9. Description du prélèvement d'éprouvettes parallélépipédiques de dimension $2-3 \times 7 \times 60 \text{ mm}^3$ sur une tige de tournesol

Un exemple de prélèvement sur une tige de tournesol est décrit en Figure II. 9. La procédure est identique pour les tiges de chanvre. Après découpe au cutter, les dimensions longitudinales et latérales sont ajustées respectivement à 60 et 7 millimètres. Les plaquettes sont ensuite étuvées pendant 48h à 60°C . A la sortie de l'étuve, chaque particule est immédiatement pesée (masse $m_{\text{R0-P}}$) à l'aide d'une balance de précision à $\pm 0,1 \text{ mg}$. Le volume réel de particule $V_{\text{A0-P}}$ est finalement déterminé à l'aide d'un pied à coulisse d'une résolution de $\pm 0,01 \text{ mm}$.

La masse volumique réelle $\rho_{\text{R0-P}}$ est déterminée à partir des mesures de $V_{\text{R0-P}}$ et $m_{\text{R0-P}}$ effectuées sur 10 particules prélevées aléatoirement dans les tiges. Aucune étude spécifique n'est effectuée ici sur l'influence de la hauteur de prélèvement sur la tige.

II.3. CARACTERISATION MORPHOLOGIQUE

II.3.1. Granulométrie par tamisage mécanique

Pour chaque granulat, un tamisage mécanique a été effectué sur 3 échantillons de 150g de granulats. La colonne de tamis utilisée est la suivante : 0,5mm, 1mm, 2,5mm, 5mm et 10mm. Chacun des tamisats est pesé afin de constituer une courbe granulométrique en masse cumulée.

II.3.2. Granulométrie et morphologie par analyse d'image

L'obtention d'informations représentatives de la géométrie parallélépipédique des granulats lignocellulosiques apparaît plus complexe qu'avec des granulats minéraux. L'utilisation de tamis semble en effet limitée du fait de l'élancement de ces objets qui peut varier en fonction de la matière de départ aussi bien que de l'outil de transformation. Cette inconsistance du tamisage mécanique pour déterminer la granulométrie de différents végétaux broyés est démontrée par Igathinathane et al. [IGA 09].

Une méthode de mesure de la **granulométrie** et de paramètres de forme des granulats **par analyse d'image** a donc été préférée. Une première publication de ce type

de méthode est effectuée dès 1999 par Nazar et al. [NAZ 99]. Ils mettent au point une méthode automatisée pour déterminer des paramètres géométriques tels que l'aire, le diamètre équivalent ou différents facteurs de forme. Dans sa thèse, Nguyen [NGU 09] utilise le logiciel ImageTool pour tracer des courbes granulométrique en fonction des dimensions extrêmes de granulats de chanvre (axe majeur, axe mineur). Dans ce travail, une démarche identique sera adoptée mais avec le logiciel Image J. Ce logiciel utilise une méthode dite « best fitting ellipse » pour calculer des paramètres morphologiques, tels que les axes majeur et mineur (cf. Figure II. 10a). Elle consiste à déterminer par une méthode des moindres carrés l'ellipse qui recouvre la plus grande surface de l'objet. L'étude présentée par Igathinatane et al. [IGA 08] a démontré que cet algorithme permettait de minimiser les erreurs de mesure par rapport à d'autres méthodes telles que le rectangle ajusté.

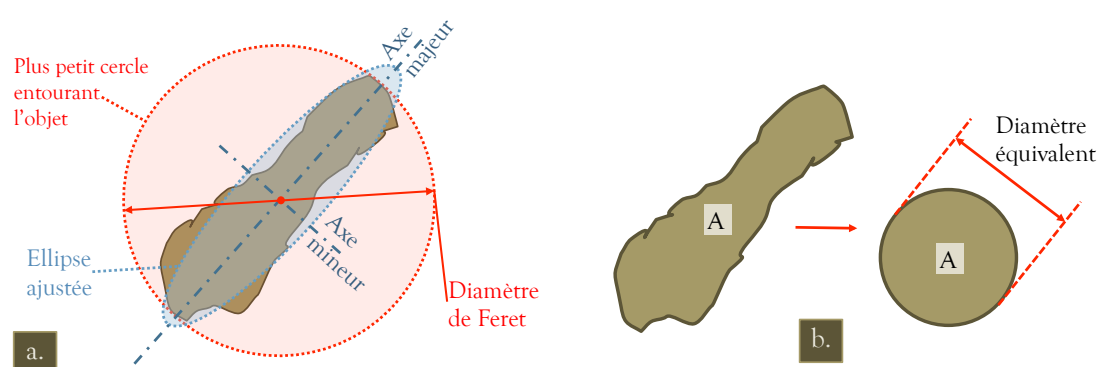


Figure II. 10. Définition des paramètres géométriques calculés par la méthode de l'ellipse ajustée (a) et du diamètre équivalent de particule (b).

Les paramètres qui ont été déterminés sur les échantillons de particules lignocellulosiques à l'aide d'Image J sont les suivants :

- ✎ **Aire** : déterminée à partir du nombre de pixels représentant l'objet sur l'image binaire. Les analyses d'image ne permettant pas de remonter à la masse des particules, les distributions des paramètres morphologiques seront toujours réalisées en fonction de l'aire ;
- ✎ **Périmètre** : contour en pixels de l'objet ;
- ✎ **Axes majeur et mineur** : il s'agit respectivement du plus grand et du plus petit axe de l'ellipse ajustée (cf. Figure II. 10a).

La mesure des paramètres ci-dessus permet le calcul de descripteurs de forme. Deux d'entre eux ont été retenus pour décrire les granulats de l'étude :

- ✎ **Diamètre équivalent** : Il s'agit du diamètre de la sphère de même aire que la particule (cf. Figure II. 10b) ;
- ✎ **Elongation** : L'élongation est définie comme le **rapport entre l'axe majeur et l'axe mineur**. Sa valeur est donc tout le temps supérieure à 1 ;

✂ **Circularité:** sa valeur varie de 0 (particule infiniment allongée) à 1 (sphère parfaite). Sa valeur est calculée comme suit :

$$\text{Circ.} = 4\pi \cdot \frac{\text{Aire}}{\text{Périmètre}^2} \quad \text{Eq. II. 9.}$$

Un protocole détaillé de cette phase d'analyse d'image est disponible en Annexe B.3. Les étapes en sont résumées sur la Figure II. 11.

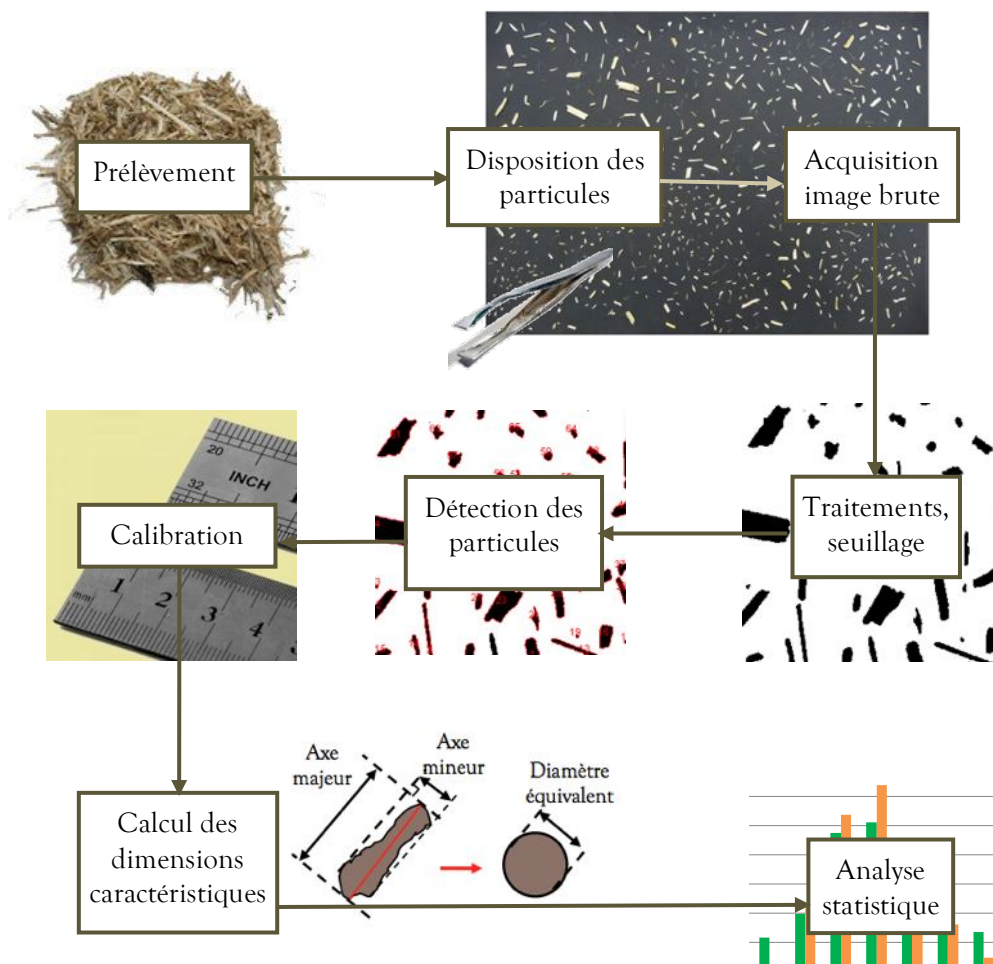


Figure II. 11. Protocole d'analyse par imagerie d'une population de particules végétales

II.3.3. Estimation de la surface spécifique

Pour une meilleure compréhension, la méthode utilisée sera décrite en même temps que l'analyse par imagerie des granulats à l'occasion du 0. Le lecteur est donc invité à se référer à ce paragraphe.

II.4. CARACTERISATION DE SURFACE

II.4.1. Evaluation de la rugosité

Cette caractérisation a été réalisée à l'aide de la microscopie électronique à balayage utilisée en électrons secondaires (cf. §I.3.3.d). Il s'agit d'observer plus que de quantifier la structure poreuse interne aux granulats végétaux mais aussi leur porosité de surface, donnant une information sur leur rugosité.

II.4.2. Angle de contact ou de mouillabilité

Dans un système solide/liquide/vapeur, l'**angle de contact θ** est l'angle formé entre la phase vapeur et la phase liquide au contact du solide, c'est à dire à un point de triple contact (cf. Figure II. 12a). La mesure de cet angle de contact offre une information importante sur l'affinité entre une surface solide et un liquide dans un milieu donné. Dans le système représenté par un liant minéral et une particule végétale, il nous importe de connaître l'angle formé entre la surface de la particule, l'eau liquide et l'air. En d'autres termes, connaître l'aptitude de l'eau à s'étaler sur la surface de la particule ou à être absorbée pour assurer un mouillage adéquat de la surface (cf. Chapitre 2. I.3.1.).

Les mesures ont été conduites à l'air libre en déposant à l'aide d'une micro-pipette de 10 μ L une goutte d'eau ou extrait liquide préalablement coloré au bleu de méthylène sur la surface des particules (cf. Figure II. 12.b). L'étalement de la goutte a été suivi à l'aide d'une caméra CCD, l'éclairage approprié de cette goutte étant réalisé par une source de lumière ciblée. La mesure des angles de contact à 0, 30 et 60 secondes a été effectuée sur les images correspondantes grâce au logiciel Image J. Chaque relevé est la moyenne des deux angles θ_1 et θ_2 visibles aux points triples (cf. Figure II. 12a).

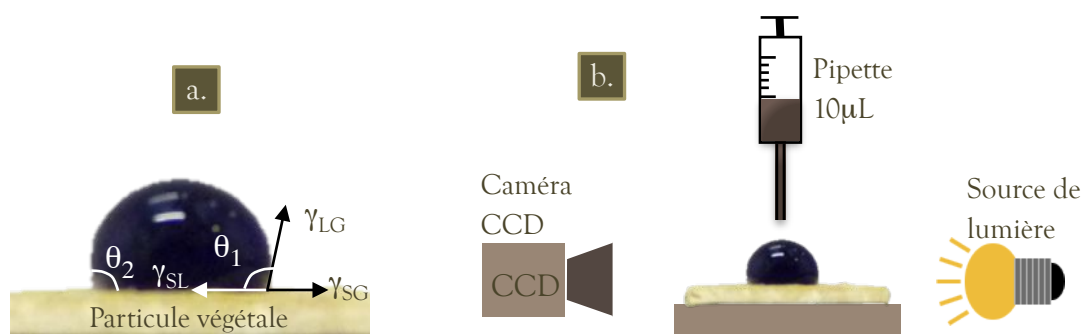


Figure II. 12. Représentation schématisée de la loi de Young-Dupré (a) et schéma du dispositif de mesure de l'angle de contact (b).

II.4.3. Infrarouge à Transformée de Fourier (ATR)

L'analyse de matières molles ou de liquides par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier se fait classiquement grâce à la technique de la Réflexion Totale

Atténuée (ATR). Le dispositif utilisé est un Nicolet Magna IR 600 (Laboratoires des Matériaux Inorganiques, Clermont-Fd) dans la plage de nombre d'ondes de l'Infrarouge moyen (4000 à 400 cm^{-1}). La technique de l'ATR ne nécessite pas de préparation particulière des échantillons qui sont positionnés entre une presse micromécanique et le cristal dans lequel vont s'effectuer les multiples réflexions. La principale limitation concerne la capacité de déformation de la matière qui doit recouvrir de façon homogène le cristal. Cette technique convient parfaitement à la caractérisation de surface puisqu'elle permet l'analyse la matière sur une profondeur comprise entre 0,5 à 2 μm .

II.4.4. Microscopie électronique à balayage

Se reporter au §I.3.3.d.

II.5. COMPORTEMENT HYGROSCOPIQUE EN IMMERSION

Le comportement hygroscopique des végétaux lignocellulosiques est dû en grande partie à leur hydrophilicité. Leur architecture complexe est marquée par une porosité multi-échelles (cf. Chapitre I: I.2.3) destinée à conduire les fluides nécessaires à leur épanouissement (sève et eau). Même après coupe et transformation, cette porosité continue de jouer son rôle et constitue donc la voie reine d'absorption de l'eau selon les lois de Laplace (cf. Chapitre II: II.3.1). Cette absorption s'effectue principalement par les vaisseaux conducteurs ou trachéides avant que l'eau ne se propage au reste des cellules par diffusion à travers les ponctuations et les parois cellulaires.

II.5.1. Absorption/adsorption d'eau par immersion

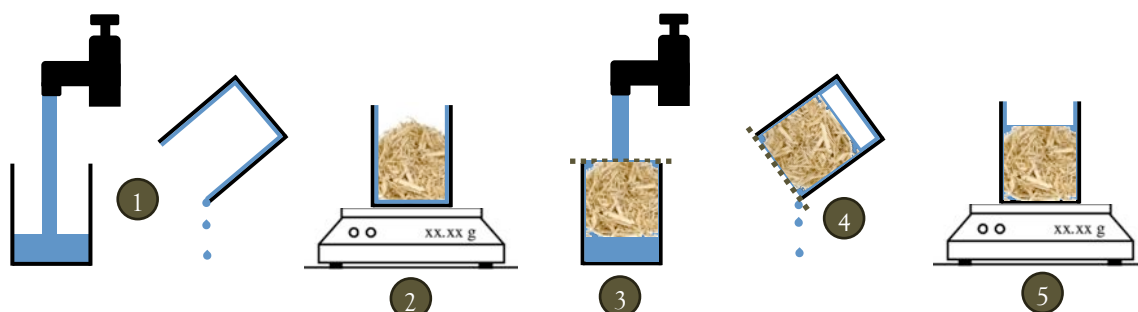
II.5.1.a. Immersion de granulats dispersés

La mesure du taux massique et de la vitesse d'absorption et d'adsorption en eau W apparaît primordiale dans l'élaboration de bétons de végétaux pour les raisons invoquées au Chapitre 1. Les particules végétales sont préalablement étuvées à 60°C pendant 48h. Pour chaque expérience, $m_0=50\text{g}$ de végétaux secs sont utilisés. Les particules végétales dont on souhaite mesurer l'absorption sont placées dans un récipient maillé (filet, grille...) permettant l'évacuation rapide de l'eau de trempe et d'une partie de l'eau interstitielle. L'ensemble est ensuite immergé durant une durée $t=\{1, 2, 5, 10, 30 \text{ minutes ou } 48\text{h}\}$ avant retrait et essorage manuel. La procédure exacte est décrite en Figure II. 13. Il est bon de rappeler que cette procédure ne permet pas l'évacuation d'une partie de l'eau présente entre les particules lors de l'essorage, ni de l'eau adsorbée en surface. Il n'est donc pas possible de distinguer l'eau absorbée à l'intérieur des capillaires de l'eau adsorbée en surface. L'essorage manuel engendre de plus une incertitude non négligeable, principalement sur les durées courtes d'expérimentation.

Pour chaque durée, l'expérience est renouvelée 3 fois, ce qui correspond à 18 expériences pour obtenir une courbe d'absorption $W(t)$ pour un granulat donné. Le taux d'absorption maximum W_{SAT} est défini à 48h.

$$W(t) = \frac{m(t) - m_0}{m_0} \cdot 100$$

Eq. II. 10.



- 1. Remplir avec de l'eau et égoutter le récipient;
- 2. Après avoir fait la tare, peser $m_0=20g$ de granulat sec ($60^\circ C$, 48h) dans le récipient humide;
- 3. Recouvrir le récipient avec un tamis et le remplir d'eau à travers le tamis;
- 4. Après un temps d'immersion déterminé, égoutter le récipient à travers le tamis en prenant le soin d'attendre que la dernière goutte d'eau tombe;
- 5. Essuyer les contours du récipient et le peser sur la balance dont la tare a été maintenue ($m(t)$).

Figure II. 13. Méthode de mesure de l'absorption/adsorption de particules végétales par immersion pas par pas

II.5.1.b. Immersion de plaquettes de dimensions connues

L'absorption en eau de plaquettes de dimensions $[2-3] \times 7 \times 60 \text{ mm}^3$ (cf. §0), prélevées comme décrit au §0, a été analysée en parallèle de celle effectuée sur les granulats. A chaque expérience, 5 plaquettes sont pesées et mesurées à l'état sec avant d'être immergées dans l'eau. Leur masse est relevée à l'aide d'une balance de précision ($\pm 0,1 \text{ mg}$) après 5 minutes, 4, 14, 24, 38 et 48 heures.

II.5.2. Gonflement tangentiel de plaquettes

Le gonflement tangentiel de particules végétales immergées donne un aperçu de leur capacité à se déformer lorsqu'elles sont mises en contact avec l'eau. Les végétaux lignocellulosiques possèdent en effet la propriété d'intégrer dans leur structure des molécules d'eau ou tout autre solvant, en particulier grâce à la création de liaisons

hydrogène [ROW 05]. C'est ce qui explique notamment la nécessité de faire sécher (et donc se rétracter) le bois fraîchement coupé avant de l'utiliser. Cette mesure est tout à fait complémentaire de celles d'absorption en eau par immersion.

Il faut noter que le caractère naturel des végétaux et les dimensions limitées des granulats transformés (<1cm pour la largeur de particule) ne permet pas une détermination précise de ce paramètre. Pour chaque type de granulat, la mesure est donc effectuée sur 10 particules prélevées sur tige et de dimensions de [2-3]x7x60mm³ (cf. §0). Il est dès lors trop contraignant en terme d'équipement de suivre l'évolution du gonflement à l'aide de systèmes automatisés. Notre choix s'est porté sur un pied à coulisse d'une résolution de ±0,01mm. Concernant les granulats bruts de chanvre et de tournesol, les mesures ont été réalisées à intervalles réguliers jusqu'à 48h.

Le gonflement tangentiel est exprimé simplement :

$$G_T(t) = \frac{l(t) - l_0}{l_0} \cdot 100 \quad \text{Eq. II. 11.}$$

On considère avoir atteint le gonflement maximum $G_{T\text{MAX}}$ dès 48h.

II.6. PROPRIETES THERMIQUES

Les dispositifs de mesure de la **conductivité thermique** (fil chaud) et de l'**effusivité thermique** (plan chaud) sont décrits au §III.2.2. Dans le cas spécifique des granulats de végétaux, la sonde fil chaud ou plan chaud est placée au cœur d'un volume représentatif (considéré comme semi-infini) de granulats en vrac préalablement séchés en étuve (60°C, 48h). Des puissances respectives de 0,1 et 1,5W ont été utilisées respectivement pour le fil chaud et le plan chaud. La durée de la mesure a été fixée à 100 secondes. Pour chaque granulat, trois mesures ont été réalisées et se sont avérées suffisantes pour valider la répétabilité de la méthode. Le facteur de corrélation R^2 minimum pour valider la mesure a été fixé à 0,999.

III. METHODES D'ELABORATION ET DE CARACTERISATION DES AGROBETONS

III.1. PREPARATION DES EPROUVETTES

III.1.1. Types d'éprouvettes

Les éprouvettes d'agrobétons réalisées au cours de la thèse sont de deux types :

- ✎ Cubes 15x15x15cm³ (élancement 1) ;
- ✎ Cylindres Ø11x22cm³ (élancement 2).

Le choix des éprouvettes cubiques a été effectué dans l'optique de tester les matériaux dans les directions perpendiculaires et parallèles au compactage. Il s'agit d'un point important lorsque l'on souhaite étudier l'influence de l'orientation des particules et de la sollicitation des interfaces liant/granulat [MOU 09, NOZ 11].

Les tests réalisés sur cylindres Ø11x22cm³ ont pour objectif l'apport de connaissances sur l'influence de la géométrie et de l'élancement, aucune étude n'ayant été menée à ce propos. Notons que dans le cas des bétons classiques, de nombreuses études ont été menées et démontrent des différences de comportement à la rupture importantes [YI 06, DEL 08].

III.1.2. Séquence de malaxage

Les séquences de malaxage décrites pour fabriquer des BCC possèdent une différence majeure : la réalisation [CER 05, DEB 09, NGU 09-1, MON 11], ou non [MUR 10, HIR 10], d'un prémouillage des particules végétales. Cerezo [CER 05] et NGU 09-1 utilisent la séquence décrite dans le Tableau II. 3. Hirst et al. [HIR 10] et Arnaud et al. [ARN 12] préparent la pâte lors d'une première étape avant d'ajouter les granulats à l'état sec au mélange. De Bruijn et. [DEB 09] choisissent une préparation séparée de la pâte qu'ils ajoutent aux granulats prémouillés dans un malaxeur à béton.

Nous verrons à l'occasion du Chapitre VI l'influence positive que peut avoir le prémouillage sur l'adhésion entre les particules végétales et le liant. Monreal et al. [MON 11] justifient par ailleurs leur choix de quantité d'eau et de durée de prémouillage en se basant sur la capacité d'absorption en eau des particules. Sur la base de ces observations, nous avons décidé de maintenir une phase de pré-mouillage des particules. Afin de ne pas nécessiter deux outils de préparation différents, les ingrédients ont été ajoutés successivement dans le malaxeur suivant la séquence présentée dans le Tableau II. 3. Le matériel dédié à cette préparation est un malaxeur planétaire d'une contenance de 20 Litres, utilisé à une vitesse de 30 trs/min.

Tableau II. 3. Séquence de malaxage des bétons de végétaux

Séquence de malaxage	Durée	Malaxeur
1. Introduction du granulat	-	A l'arrêt
2. Introduction de l'eau de prémouillage	30s	En marche
3. Malaxage des particules	4min30s	En marche
3. Introduction du liant	1 min	A l'arrêt
4. Malaxage	2min	En marche
5. Introduction de l'eau de gâchage	30s	En marche
6. Malaxage	5min	En marche
7. Vidange du malaxeur	-	A l'arrêt

III.1.3. Mise en forme

La mise en forme constitue un point important car c'est elle qui permet d'obtenir des éprouvettes de densité homogène, globalement ou localement. Notons que contrairement aux bétons classiques, les bétons de particules possèdent une forte habilité à la compaction permettant d'augmenter d'un facteur 2 à 3 la densité du matériau par rapport à sa forme en vrac. Dans le cas de bétons de particules lignocellulosiques dits « banchés » ou compactés, la communauté scientifique a utilisé plusieurs méthodes pour la mise en forme des éprouvettes :

- ✎ Banchage traditionnel, 3 à 5 couches, tassage manuel [DEB 09, MUR 10] ;
- ✎ Banchage, 5 couches, contrainte de compactage finale imposée [CER 05, ARN 12];
- ✎ Compactage avec masse de béton de particule imposée, la matière étant ajoutée en une seule fois [NGU 09-1] ;

Il a été choisi d'effectuer un **remplissage en 3 couches** pour les deux types d'éprouvettes ($15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ et $\varnothing 11 \times 22 \text{ cm}^3$), une **rehausse** du moule étant utilisée (cf. Figure II. 14). La quantité d'agrobéton à introduire a été fixée pour obtenir une **masse volumique après séchage prédéterminée**. Après ajout d'un tiers de la matière à introduire (1), les deux premières couches subissent un tassage manuel à l'aide d'une dame adaptée au moule (2). Les surfaces sont ensuite griffées pour éviter au maximum les hétérogénéités locales, que l'on pourrait appeler reprise de bétonnage (3). Après ajout du dernier tiers de matériau, un compactage manuel est effectué par à-coups jusqu'à obtention d'une surface lisse qui remplit parfaitement le moule (4). La rehausse est finalement enlevée et le moule rempli retourné sur une surface plane jusqu'au démoulage (5). Ces deux dernières étapes permettent de garantir une planéité de surface optimum en vue des essais de compression.

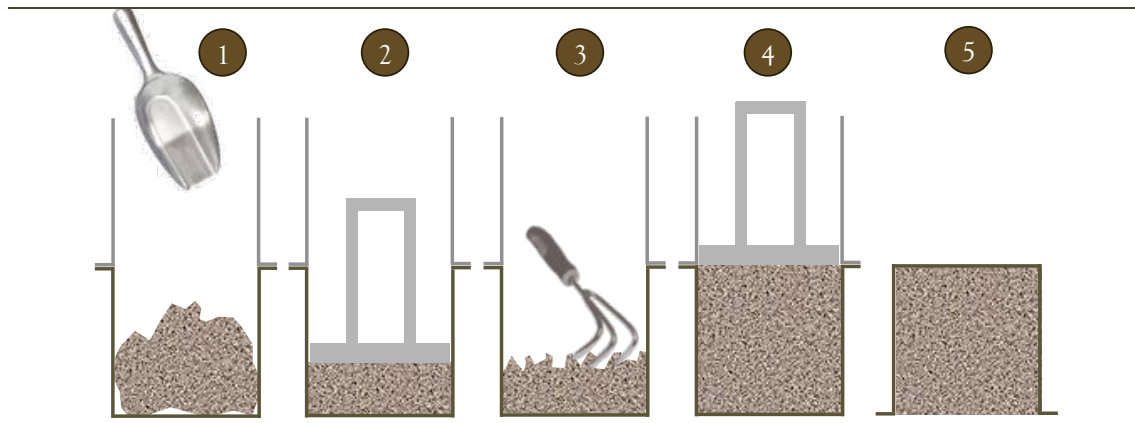


Figure II. 14. Méthode de mise en œuvre par compactage manuel d'une quantité déterminée de béton de végétal

III.1.4. Conservation et séchage des éprouvettes

Il n'existe pas à l'heure actuelle dans les règles professionnelles de la construction en chanvre [FFB 09] d'indications définitives concernant la conservation des éprouvettes. Il y est précisé qu'une conservation à 20°C et 50% d'humidité relative est préconisée. Les récentes discussions menées dans le cadre de l'association Construire en Chanvre préconisent un démoulage partiel sur les deux extrémités d'éprouvettes cylindriques Ø16x32cm³ effectué après 7 jours de conservation en conditions endogènes.

Ne disposant pas de salle de stockage à humidité contrôlée, il a été choisi de conserver les éprouvettes à l'air libre dans une pièce à l'atmosphère stable à la suite de leur **démoulage 24 heures après la gâchée**. Les relevés effectués pendant la période de conservation des éprouvettes ont révélé une **hygrométrie de 35±5%HR**. Dans ces conditions, une **période de séchage de 60 jours** s'est avérée suffisante pour atteindre la stabilité massique des éprouvettes, peu importe la formulation. C'est donc à cette date que les essais en compression ont été menés sur des éprouvettes stabilisées.

III.2. TEST DES EPROUVETTES

III.2.1. Compression unidirectionnelle

Quatre objectifs ont été menés en parallèle lors des essais de compression :

- ✎ **Comparer les performances en compression** des différents mélanges par rapport à une éprouvette de référence ;
- ✎ **Evaluer l'effet de l'orientation des particules** découlant d'un compactage manuel, que ce soit sur la résistance en compression et le type de rupture ;
- ✎ **Evaluer l'effet de l'éclatement des éprouvettes** sur la résistance en compression et le type de rupture ;
- ✎ **Conclure sur la faisabilité d'agrobétons utilisant la tige de tournesol** en comparant les résultats avec des bétons de chanvre de formulations identiques.

Pour ce faire, des essais de compression ont été réalisés à 60 jours dans 3 types de configuration pour chaque mélange, à chaque fois sur 3 éprouvettes :

- ☒ Cubes 15x15x15cm³ compressés parallèlement au compactage initial (cf. Figure II. 15a);
- ☒ Cubes 15x15x15cm³ compressés perpendiculairement au compactage initial (cf. Figure II. 15b) ;
- ☒ Cylindres Ø11x22cm³ compressés parallèlement au compactage initial.

Les essais ont été menés sur une presse électromécanique Zwick de 200kN à une vitesse de 7,5mm/min pour les cubes et 11mm/min pour les cylindres, soit 5% de déformation par minute. Des cycles de charge/décharge ont été imposés à 1, 2 et 3% de déformation sur certaines éprouvettes, 5 et 10% sur d'autres.

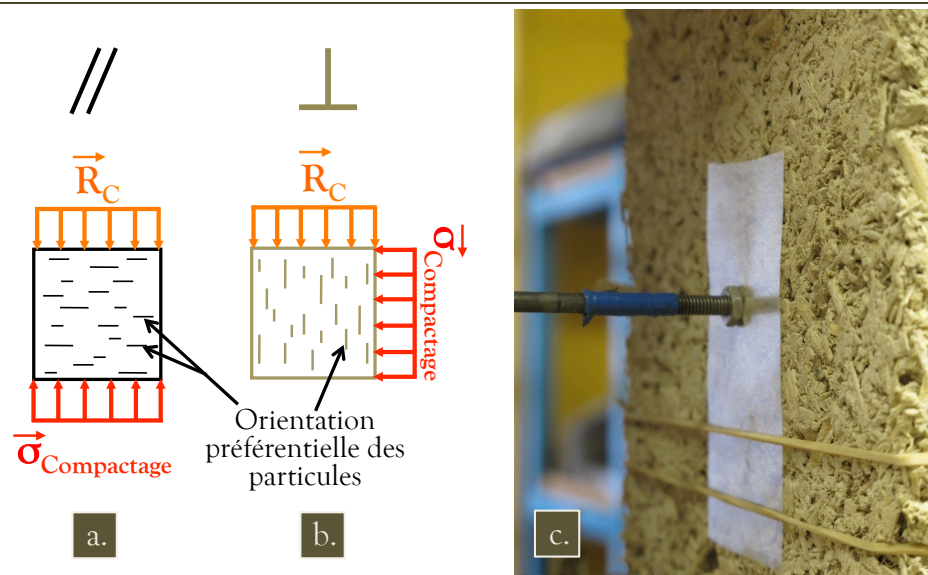


Figure II. 15. Méthode de mise en œuvre par compactage manuel d'une quantité déterminée de béton de végétal

III.2.2. Propriétés thermiques

La sonde fil chaud fait partie des méthodes de mesure de la conductivité thermique dites en régime quasi établi. Elle consiste à imposer entre deux échantillons identiques un flux de chaleur Q par effet Joule et mesurer la variation de température générée localement au cours du temps grâce à un thermocouple couplé au fil chaud. Cette variation de température est directement liée à la conductivité thermique par la relation suivante [LAU 89] :

$$\Delta T(t) = \frac{P}{4\pi \cdot \lambda_T \cdot l} \ln(t) + k_1 \quad \text{Eq. II. 12.}$$

- ☒ P : Puissance imposée au fil chaud [W] ;
- ☒ l : Longueur du fil chaud [m] ;
- ☒ λ_T : Conductivité thermique du matériau [W.m⁻¹.K⁻¹]

En complément de cette mesure, l'effusivité thermique e_T a été déterminée par la méthode dite du plan chaud. Elle est calculée à partir de la pente des thermogrammes dont l'expression est la suivante [KRA 07] :

$$\Delta T(t) = \frac{2P}{S \cdot \sqrt{\pi} \cdot e_T} \sqrt{t} + k_2 \quad \text{Eq. II. 13.}$$

- ⌘ P : Puissance imposée à la sonde plan chaud [W] ;
- ⌘ S : Surface sur laquelle est imposée le flux [m] ;
- ⌘ e_T : Conductivité thermique du matériau [$\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$]

Le dispositif de mesure utilisé est le FP2C de la société NeoTIM. Les mesures ont été réalisées au cours de la thèse entre les faces planes de deux éprouvettes cubiques ($15 \times 15 \times 15 \text{ cm}$) (cf. Figure II. 16a). Les faces perpendiculaires et parallèles au compactage ont été testées afin d'étudier l'influence du compactage manuel sur l'orientation des particules et les propriétés thermiques. Les valeurs de conductivité et d'effusivité annoncées sont la moyenne de 3 mesures réalisées sur différentes surfaces. Les éprouvettes testées l'ont été après avoir atteint l'équilibre hydrique dans les conditions de conservation (20°C , $35 \pm 5\% \text{ HR}$) et après séchage (48 h à 60°C , $2,8 \pm 0,5\% \text{ HR}$). Pour les tests à l'état sec, les éprouvettes sont placées dans un sac plastique hermétique jusqu'à stabilisation en température avant d'être testées. Lors des tests successifs, on se prémunira de la reprise en humidité des agrobétons en les maintenant dans le sac plastique.

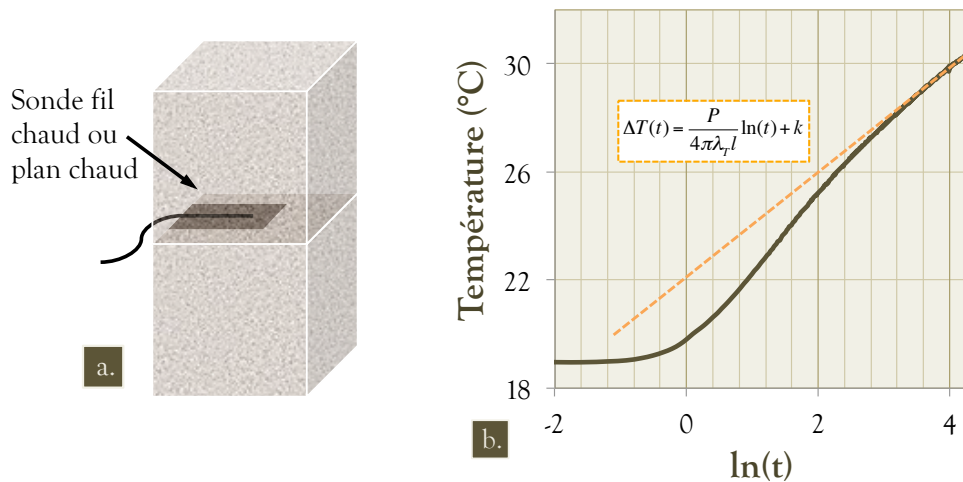


Figure II. 16. Placement des sondes fil et plan chaud entre les faces planes des éprouvettes $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ (a). Détermination de la conductivité thermique à partir de l'évolution de température mesurée par le thermocouple.

III.2.3. Absorption par capillarité

Ces tests d'absorption sont réalisés sur des éprouvettes $\varnothing 11 \times 22 \text{ cm}^3$ ou $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ dont la surface est maintenue immergée dans 5 mm d'eau. Les échantillons ne sont ni pré-conditionnés ni paraffinés comme c'est le cas avec les éprouvettes de liant. Des mesures de la masse des éprouvettes et de la hauteur de frange $h(t)$ sont effectuées à

des échéances de 5, 30minutes, 1, 2, 6, 24 et 48 heures. Le calcul du coefficient d'absorption est détaillé au §0.

III.2.4. Analyse thermogravimétrique de la matrice inter-particulaire

Pour la méthode d'analyse, se reporter au §I.3.3.b. La matière est prélevée au centre des éprouvettes 15x15x15cm³ juste après les essais de compression. Elle est ensuite tamisée à 80µm afin de ne garder que la matrice, qui peut également contenir les poussières du granulat et les composés polysaccharidiques extractibles. L'analyse ATG de 20 à 900°C est réalisée sur ce tamisat sans traitement préalable des poudres à une vitesse de chauffe de 10°C.min⁻¹ sous un flux d'azote.

IV. TABLEAU RECAPITULATIF

Tableau II. 4. Récapitulatif des méthodes utilisées dans ce travail de thèse

Type de caractéristique	Granulats végétaux	Poudres minérales	Liant	Interface / produits d'interface	Agrobétons
Masses volumiques et porosités					
Masse volumique absolue		X			
Masse volumique réelle	X		X		X
Masse volumique vrac	X	X			
Porosité ouverte à l'eau			X		
Granulométrie, morphologie, surface spécifique					
Analyse d'image	X				
Granulométrie laser		X			
Surface spécifique BET		X			
Caractérisation de surface et cristallographique					
IRTF (ATR)	X				
Potentiel Zeta	X	X			
Observations MEB	X				
Angle de contact	X				
Tension superficielle (Lame de Whilhelmy)			X		
Comportement face à l'eau					
Adsorption/absorption par immersion	X				
Gonflement tangentiel	X				
Absorption par capillarité			X		X
Caractérisation de l'interface et des produits d'interface					
IRTF (Transmission)		X	X	X	X
Diffraction X		X	X	X	X
TG/ATG		X	X	X	X
Analyses MEB/EDX			X	X	X
Méthode de la plaque immergée (cf. Chapitre VI)				X	
Caractéristiques macroscopiques intrinsèques					
Résistance en compression	X			X	X
Conductivité thermique (Fil chaud)	X			X	X
Effusivité thermique (Plan chaud)	X				X

CHAPITRE IV: CARACTERISATION EXPERIMENTALE DES MATIERES PREMIERES

La sélection de matières premières végétales et minérales majoritairement disponibles sur le territoire auvergnat et adaptées à la réalisation d'agrobétons a constitué la première étape du travail de thèse. Ce Chapitre relate les étapes de caractérisation des granulats végétaux (la chènevotte et la tige de tournesol) et des sources minérales (sable ponceux et chaux aérienne) sélectionnées.

I. LES MATIERES PREMIERES DU LIANT

I.1. LA PONCE DU CHEIX

I.1.1. Origine et transformation

La ponce sélectionnée comme base du liant élaboré dans ce travail provient de la carrière du Cheix, située sur la commune de St Diéry (Puy-de-Dôme). Il s'agit d'un sous-produit de cette carrière exploitée initialement pour son affleurement de basalte (Figure II. 17.a). Le produit brut est constitué d'éléments de ponce de taille supérieure à 1cm (Figure II. 17.b) et d'un sable de granulométrie grossière (Figure II. 17.c). Le processus ayant conduit à la formation de cette nappe ponceuse est une coulée pyroclastique de cendres, constituant le sable, et de ponces vacuolaires [BES 78]. Cet événement géologique s'est produit il y a environ 800 000ans.

Certaines expérimentations présentées dans cette thèse ont été menées sur un passant à 4mm du sable brut (cf. Partie 3 - Chapitre V). Néanmoins, l'intégralité des expérimentations des chapitres VI et VII ont nécessité un broyage de l'ensemble du matériau prélevé. La **matière brute** récupérée directement en carrière a pour cela été **séchée à 105°C pendant 48h** avant d'être **broyée pendant 4h** dans un broyeur à boulets de laboratoire (Figure II. 17.d.). A chaque chargement, 5kg de sable ponceux sec sont introduits dans la cuve pour être transformés à une vitesse de 45 trs/min.



Figure II. 17. Photos de la ponce trachytique et du dispositif de transformation. Carrière du cheix (a), gros élément de ponce trachytique présent dans le sable (b), sable de ponce brut (c) et broyeur à boulet (d).

I.1.2. Analyse granulométrique

La courbe granulométrique du passant à 4mm est un assemblage entre la fraction $<63\mu\text{m}$ analysée par granulométrie laser et la fraction $>63\mu\text{m}$ analysée par tamisage mécanique (cf. Figure II. 18.a). Ce sable de ponce présente l'aspect caractéristique d'un sable grossier. Sa population possède un diamètre volumique médian $D(v, 0.5)$ de $320\mu\text{m}$ et un coefficient de polydispersité SPAN de 6,17.

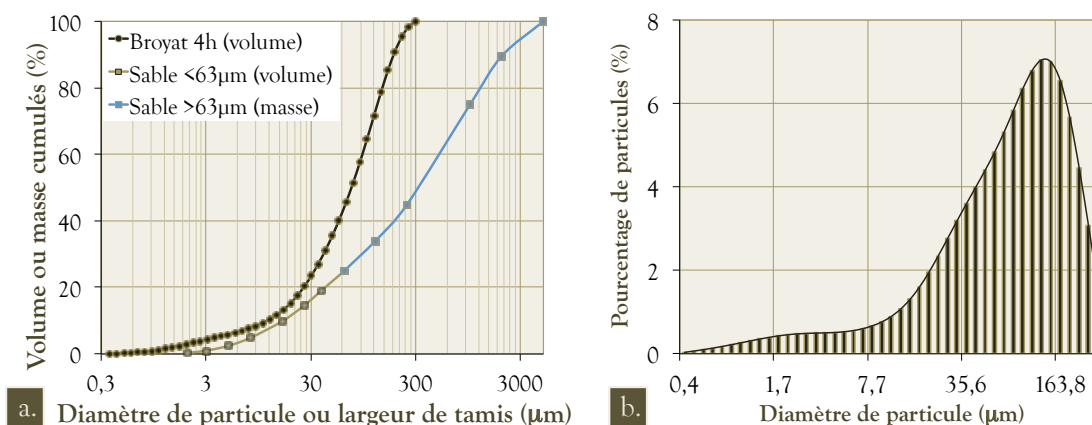


Figure II. 18. Courbes granulométriques cumulées du sable de ponce du Cheix (passant $<4\text{mm}$) et du broyat (a). Répartition en volume des particules du broyat par classe granulométrique (b).

La granulométrie du filler obtenu après broyage a été quant à elle mesurée uniquement par granulométrie laser (cf. I.1.2.a). Ce filler présente une surface spécifique BET de $7800\text{ cm}^2/\text{g}$. Il est constitué d'une première population majoritaire comprise entre 10 et $300\mu\text{m}$ (cf. Figure II. 18.b). Une seconde population est constituée de poudres ultrafines de diamètre inférieur à $10\mu\text{m}$. Le $D(v, 0.5)$ et le SPAN obtenus sont respectivement $75,7\pm 0,04\mu\text{m}$ et $2,39\pm 0,3$.

$$\text{SPAN} = \frac{D(v, 0.9) - D(v, 0.1)}{D(v, 0.5)}$$

Eq. II. 14.

- ℵ SPAN : Coefficient de polydispersité ;
- ℵ $D(v, 0.5)$: diamètre volumique médian;
- ℵ $D(v, 0.9)$: diamètre correspondant à 90% des poudres en volume cumulé;
- ℵ $D(v, 0.1)$: diamètre correspondant à 10% des poudres en volume cumulé.

I.1.3. Composition minéralogique

Le sable ponceux du Cheix est composé de minéraux de la classe des aluminosilicates présents sous forme amorphe ou cristallisée. Quatre cristaux principaux peuvent être identifiés par une analyse en diffraction X (cf. Figure II. 19). Trois d'entre

eux font partie du sous groupe des **tectosilicates**, silicates constitués de tétraèdres élémentaires $[\text{SiO}_4]^{4-}$ reliés entre eux par les quatre atomes d'oxygène situés à leurs sommets. Chaque oxygène est donc relié à deux cations silicium ou aluminium.

✂ **Sanidine** : La sanidine est un **tectosilicate** fortement présent dans les volcanites siliceux trachytiques. Il s'agit d'un composé silicaté de la famille des **feldspath alcalin** (potassique) de formule générale $\text{K}(\text{Al Si}_3 \text{O}_8)$. Notons qu'un cation aluminium Al^{3+} se substitue à un ion silicium Si^{4+} , la charge électrique étant compensée par un alcalin monovalent K^+ ;

✂ **Plagioclase (oligoclase)** : Les plagioclases font également partie du sous-groupe des **tectosilicates** de la famille des **feldspaths**. L'espèce analysée dans la ponce du Cheix est l'oligoclase de formule chimique brute $(\text{Na,Ca})(\text{Si,Al})_4 \text{O}_8$. Le rapport molaire Na/Ca dans le cas de l'oligoclase est alors de 4. Il s'agit en fait d'une solution solide entre deux minéraux non solubles, l'albite $\text{Na}(\text{Al Si}_3 \text{O}_8)$ et l'anorthite $\text{Ca}(\text{Al}_2 \text{Si}_2 \text{AlO}_8)$;

✂ **Quartz** : la forme cristallisée de la silice SiO_2 est également classifiée parmi les tectosilicates, aucun cation Si^{4+} n'ayant été remplacé par des ions Al^{3+} ;

✂ **Biotite** : La biotite est un cristal silicaté (famille des micas) de couleur brune à noire et de formule générale $\text{K}(\text{Mg,Fe})_3(\text{OH,F})_2(\text{Si}_3 \text{Al O}_{10})$. Il fait partie du sous-groupe des **phyllosilicates** dont seulement trois atomes d'oxygène font le pont entre deux tétraèdres $[\text{SiO}_4]^{4-}$.

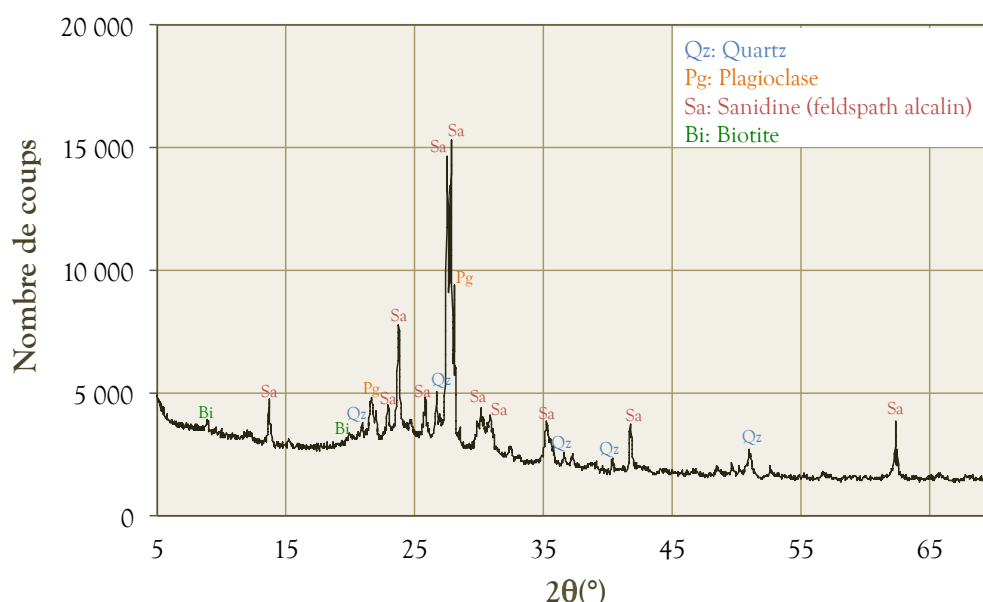


Figure II. 19. Spectre en diffraction des rayons X de la ponce du Cheix

Dans son travail de thèse, Pichon [PIC 92] s'est intéressé à la phase vitreuse de cette ponce, dite de « Neschers ». Il a pour cela analysé proportion de sable soluble dans l'acide fluorhydrique. Cette fraction, qu'il estime à 88% massique, correspond à la phase amorphe aluminosiliceuse. Il s'agit d'une information importante car elle va conditionner la réactivité de cette matière pouzzolanique, seule la phase amorphe étant réputée réactive

[PIC 96]. Pichon précise que la vitesse de dissolution du verre siliceux ($V_{\text{DISS}} > 1,3 \mu\text{m}/\text{min}$) est près de 200 fois supérieure à celle des micas ou du quartz ($V_{\text{DISS}} < 0,005 \mu\text{m}/\text{min}$) et encore nettement supérieure à celle des plagioclases ($V_{\text{DISS}} < 0,02 \mu\text{m}/\text{min}$). Il convient de souligner que la réactivité de poudres de cristaux de quartz peu néanmoins être augmentée grâce à un broyage générant une amorphisation de surface [BEN 99].

I.1.4. Composition chimique

L'analyse chimique reportée dans le Tableau II. 5 est tirée de la thèse de Pichon [PIC 92] et a été effectué sur la matière totale, c'est à dire un broyat de la ponce et du sable. Elle permet une classification chimique dans la classe des **aluminosilicates**, la silice (62,2% en masse) et l'alumine (17,3% en masse) étant nettement majoritaires. Pichon précise que la composition chimique de la partie amorphe (88% en masse) est plus représentative des hydrates qui pourront être formés lors d'une réaction pouzzolanique (cf. Chapitre V) que celle du matériau total [PIC 96], les cristaux étant nettement moins réactifs. Ainsi, il est possible de limiter la stoechiométrie des hydrates pouvant se former à quatre oxydes majoritaires : SiO_2 , Al_2O_3 , Na_2O et K_2O .

Tableau II. 5. Compositions chimiques de l'ensemble et de la phase amorphe de la ponce du Cheix

	CaO %	SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Na ₂ O %	K ₂ O %	Fe ₂ O ₃ %	pH solution saturée
Sable ponceux broyé [PIC 92]	1,1	62,2	17,3	5,9	6,3	2,7	7,5
Partie amorphe soluble dans l'acide fluorhydrique [PIC 96]	-	52,6	17,5	6	6,3	-	-

I.2. LA CHAUX AERIENNE CL90

I.2.1. Analyse granulométrique et chimique

Selon les auteurs romains, pionniers dans l'élaboration de liants pouzzolanes-chaux, il est préférable d'utiliser une chaux issue d'un calcaire aussi pur que possible et de lui faire subir un traitement thermique doux [PAV 07]. Suivant ce précepte, mais aussi pour éviter de mélanger réaction pouzzolanique et hydraulique, la chaux sélectionnée pour ce travail de thèse est une chaux dite aérienne. Etant donné sa composition (cf. Tableau II. 6), elle répond à l'appellation CL90 décrite par la norme EN 459-1 [AFN 02]. La fiche fournisseur est disponible en Annexe A.1.

La granulométrie de la chaux utilisée s'avère plus fine que le broyat de ponce avec notamment un diamètre de particule moyen $D(v, 0,5)$ de $52 \mu\text{m}$ et une surface spécifique de $18100 \text{cm}^2/\text{g}$ (cf. Tableau II. 6). Etant donné la finesse de cette poudre dont le $D(v, 0,5)$ est équivalent au diamètre des vaisseaux conducteurs des végétaux lignocellulosiques,

le transport des fines qui la composent par capillarité et filtration dans la structure végétale est envisageable (cf. Chapitre II : I.4.1).

Tableau II. 6. Compositions chimiques et paramètres de granulométrie de la chaux CL90 en comparaison du broyat de ponce du Cheix

	CaO %	MgO %	MgO + CaO %	D(v, 0.5) μm	Polydispersité SPAN	Surface spécifique BET cm^2/g
CL90	95,5	1,75	97,2	52 $\pm 8^*$	2,4 $\pm 0,9$	18100 ± 1100
NF 459-1		<4	>90	-	-	-
Ponce broyée		-	-	75,7 $\pm 0,04$	2,39 $\pm 0,3$	7800 ± 700

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

I.2.2. Spectres caractéristiques

Le spectre en diffraction X de la chaux CL90 (cf. Figure II. 20a) montre les pics caractéristiques qui seront utiles aux interprétations menées dans les chapitres expérimentaux. Il en est de même pour l'analyse thermogravimétrique (cf. Figure II. 20b) qui permet de distinguer la réaction de déshydroxylation de la chaux entre 350 et 450°C et la réaction de décarbonatation entre 550 et 700°C.

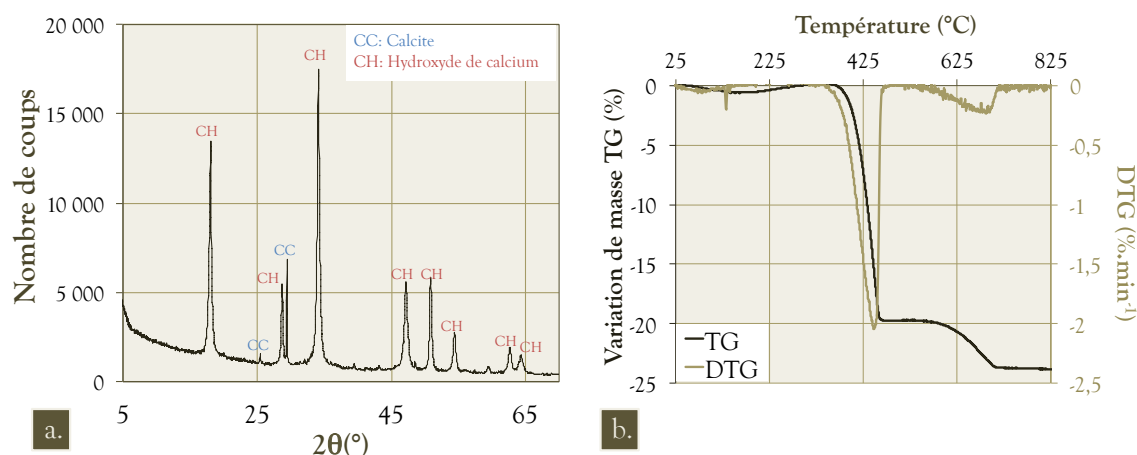


Figure II. 20. Spectre en diffraction des rayons X (a) et courbe caractéristique de l'analyse thermogravimétrique (b) de la chaux aérienne CL90.

I.3. LES ADJUVANTS

I.3.1. Les accélérateurs de prise

Deux types d'accélérateurs de la réaction pouzzolanique ont été testés au cours de ce travail (cf. Chapitre V): le sulfate de sodium Na_2SO_4 et le Chlorure de calcium hydraté $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Dans les Chapitres VI et VII, seul le Na_2SO_4 est utilisé car intégré au liant de référence à hauteur de 4% en masse par rapport aux poudres.

Le détail des compositions chimiques obtenu auprès du fournisseur est visible en Annexe A.2.

I.3.2. Viscosant de type éther cellulosique MHEC

Afin de résoudre les problèmes spécifiques aux bétons lignocellulosiques, l'effet d'un éther de cellulose (EC) a été testé. La référence utilisée est le tylose MHS 15000 P6 produit par ShinEtsu qui est un **EC de type Methyl-hydroxyethyl-cellulose (MHEC)** non modifié. Ce produit possède notamment une viscosité Höppler de 15000mPa.s, un **DS de 1,3 et un MS de 0,3**. Le degré de substitution DS de 1,3 est proche de l'optimum de polarité que Brumaud [BRU 11] définit autour de 1,2. De plus amples informations sont disponibles en Annexe A.3. Cet adjuvant a été utilisé uniquement au cours des expériences relatées dans le Chapitre VII.

L'intérêt potentiel des éthers de cellulose pour l'élaboration de mortiers adaptés aux agrobétons a été abordé dans la partie bibliographique (cf. Chapitre II :III). Pour de plus amples informations sur ces produits, le lecteur pourra se référer également à différents travaux de thèse [POU 06, PAT 11, BRU 11].

II. LES GRANULATS VEGETAUX

II.1. GRANULATS SELECTIONNES

II.1.1. Démarche de sélection

La sélection des ressources végétales nécessaires à l'élaboration des agrobétons a été menée en suivant la démarche décrite au Chapitre I.2.4. Le périmètre de sélection est ici restreint au département du Puy de Dôme. Plusieurs références renseignent sur la culture des végétaux présentés ci-dessous [BOU 06, MAR 09]. Le parti pris ici est de ne présenter que les éléments descriptifs et performantiels permettant la sélection des granulats végétaux pour l'élaboration de matériaux du même type que les bétons de chanvre.

Le bon sens voudrait que l'exploitation d'agroressources ne soit en aucun cas menée au détriment de surfaces de cultures alimentaires, de zones naturelles protégées, ni ne conduise à un épuisement des sols [AMI 09]. Il convient donc d'impliquer dès le départ dans le processus décisionnel agronomes et agriculteurs, et ce quelque soit le domaine d'utilisation de la ressource. Passé ces premières recommandations, le principal critère de choix ayant été naturellement utilisé lors des recherches menées jusqu'à présent concerne la proximité de la ressource, qui permet de limiter les distances de transport. C'est d'autant plus important dans le cas d'une ressource végétale, dont la culture et la maîtrise vont être meilleures à titre local.

En France, des initiatives régionales allant dans ce sens voient progressivement le jour. C'est particulièrement le cas dans la région Bourgogne qui s'inscrit comme un moteur national pour le développement de l'utilisation d'agroressources dans le bâtiment. Pionnière concernant le chanvre suite à l'implantation de la chanvrière de l'aube, elle accueille depuis peu le technopole Fibres Recherche et Développement (FRD) ainsi que l'association Construction et Bioressources (C&B). La région lorraine suit une démarche assez similaire à la Bourgogne. C'est ce qui a permis la mise en place du projet Vegisole¹⁹ qui a pour objectif de valoriser dans la construction des sous-produits de l'agriculture lorraine.

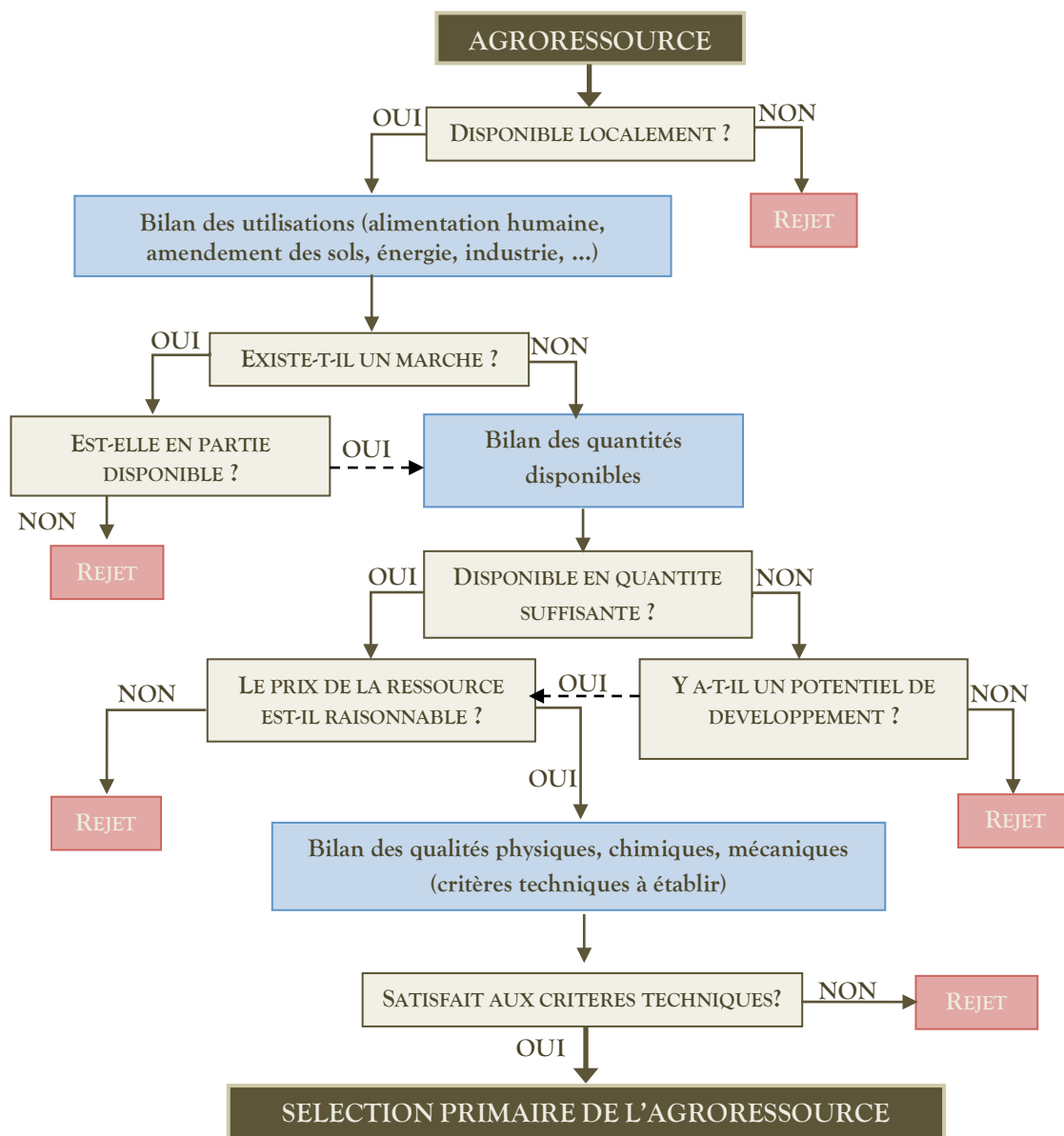


Figure I. 38. Processus de sélection des agroressources pour une utilisation comme granulat léger dans les Agrobétons

¹⁹ <http://vegisole.vanapa-lorraine.fr/systeme/m1.php> (02/09/10)

La recherche industrielle coopérative va également dans ce sens avec la création récente de pôles de compétitivité orientés vers ces thématiques. C'est le cas notamment en Auvergne avec le pôle Céréales Vallée²⁰ ou en Champagne-Ardenne avec le pôle Industries et Agro Ressources (IAR) et l'entreprise Fibres Recherche et Développement. La sélection des agro-ressources pourrait dans le cas de ce type de projet se faire suivant trois points principaux (cf. Figure I. 38) :

- ✂ Disponible localement ;
- ✂ Disponible en quantités suffisantes ou potentiellement développable ;
- ✂ Réponse aux critères techniques.

Afin de pouvoir réellement comparer ces matériaux, des Analyses de Cycle de Vie (ACV) devraient être généralisées sur ces matières, d'autant plus que l'on dispose déjà d'informations quantitatives précises sur les intrants apportés aux cultures et les émissions diverses en résultant [BOU 06-1]. Il faudra à ce moment tenir compte des modifications apportées au mode de culture pour compenser un prélèvement de matières jusque là utilisées pour l'amendement du sol [VET 10].

II.1.2. Chanvre d'Auvergne

Il a été choisi pour ce travail d'utiliser le **granulat de chanvre** produit et commercialisé localement par l'association de producteurs Chanvre d'Auvergne. Il est issu d'un outil de transformation mobile qui vise à valoriser au maximum le circuit court.



Figure II. 21. Granulat chanvre d'Auvergne brut, taille réelle

²⁰ <http://cereales-vallee.org> (02/09/10)

Le défibrage effectué n'est que partiel ce qui explique la coloration verte ou jaune due à la présence de fibres sur la face de l'épiderme (cf. Figure II. 21). Malgré cela, le produit est très peu fibré et possède un taux de poussière de $1,26 \pm 0,3\%$ ($2\sigma=95\%$) en masse. Il est composé exclusivement de plaquettes parallélépipédiques. Ce produit est conforme aux attentes formulées par Construire en Chanvre dans le cadre du label granulat chanvre et est utilisable conformément aux règles professionnelles [FFB 09] avec le ciment Prompt Vicat.

II.1.3. Broyat de tige de tournesol

Cette matière première a été sélectionnée suite à un projet de master recherche encadré au sein de l'école d'ingénieurs VetAgroSup [PRI 10]. Ce travail a permis l'obtention de données locales quant aux quantités disponibles et les pratiques associées à cette plante, dont les tiges sont broyées sur champs. Ainsi, l'apport de cette matière organique permet d'équilibrer le bilan humique du sol. C'est une information primordiale à prendre en compte car dès lors que l'on prélève une partie de ces tiges, un apport extérieur doit être effectué pour maintenir l'équilibre du sol. A moins bien entendu de prélever la juste et raisonnable quantité.

En France, la culture de cet oléagineux occupe 700 000ha en 2010 [JOU 11] dont 27500ha rien que sur la région Auvergne. Le rendement des tiges se situant entre 3 et 7t/ha, entre 2 et 5 millions de tonnes de tiges sont produites chaque année sur le territoire français.



Figure II. 22. Granulat de tige de tournesol broyée brut, taille réelle.

Le **granulat de tournesol** ayant été utilisé dans la plupart des expériences relatées dans ce document provient de l'entreprise Agrofibre (31) qui l'a transformé sur la même chaîne industrielle que pour la chènevotte qu'elle commercialise. Une observation macroscopique (cf. Figure II. 22) nous permet de voir que ce granulat transformé est composé majoritairement de plaquettes parallélépipédiques d'aspect proche de la chènevotte. En revanche, on note l'apparition de particules sphériques caractéristiques de la moelle cellulosique du cœur de tige et de longues aiguilles de bois qui sont spécifiques à ce granulat.

II.2. CARACTERISTIQUES COMPAREES

II.2.1. Masses volumiques, porosités et propriétés thermiques

II.2.1.a. Facteurs d'influence

La masse volumique de granulats lignocellulosiques est directement liée à sa structure poreuse (cf. **Chapitre 2. II.2.2**). La **masse volumique solide** ρ_{sp}^{21} de granulats de chènevotte a déjà été évaluée grâce à la méthode du pycnomètre en utilisant le toluène comme solvant [NGU 09-2]. Cette masse volumique absolue s'établit à 1460 kg.m^{-3} , soit une valeur proche de celle de la cellulose (1540 kg.m^{-3}) [ROW 05]. Lors de ce travail, la **valeur de 1540 kg.m^{-3}** sera supposée comme représentative des matières lignocellulosiques formant les granulats de chanvre aussi bien que ceux de tournesol.

Si l'on prend en compte la porosité interne des particules, on définit la **masse volumique réelle** ρ_{rop}^{22} de ceux-ci. Cette **porosité intra-particulaire** n_{IA-P} peut être influencée par de multiples facteurs [BOU 06-1]:

- ✂ La **variété cultivée**;
- ✂ Les **conditions de culture**;
- ✂ La **densité du semis** ;
- ✂ Le **niveau de maturation de la plante**;
- ✂ La **transformation**, influençant le niveau d'écrasement particulaire.

Dès que l'on tient compte en supplément de la porosité générée par l'empilement granulaire, on s'intéresse à la **masse volumique apparente ou en vrac** ρ_{AOP} . La masse volumique en vrac des granulats lignocellulosiques est un paramètre qui dépend de plusieurs facteurs tels que :

- ✂ la **porosité intrinsèque** n_{IA-P}^{23} ;

²¹ ρ_{sp} : Masse volumique solide des particules végétales

²² ρ_{rop} : Masse volumique réelle à l'état sec de particules (chanvre, tournesol)

²³ n_{IA-P} : Porosité intra-particulaire

- ✶ le **milieu de conservation** (teneur en eau W , niveau de gonflement tangentiel G_T) ;
- ✶ la **transformation**, influençant l'empilement granulaire, la compacité et donc la porosité inter-particules n_{IEP}^{24} .

II.2.1.b. Masses volumiques et porosités

Avant toute chose, il est bon de rappeler qu'un descriptif de la nomenclature sur les porosités utilisées dans ce travail est disponible dans le Chapitre I : II.2.2 qui décrit les milieux poreux complexes.

Le Tableau II. 7. présente un récapitulatif des **masses volumiques réelles et porosités mesurées directement** sur des plaquettes issues de tiges brutes. Une forte dispersion des mesures est observée concernant la masse volumique réelle de particule. Il s'agit de l'impact direct d'une mesure effectuée sur des particules à la surface hétérogène et présentant une variabilité intrinsèque. Les travaux de Cerezo [CER 05] et [NGU 09] rapportent pour la chènevotte des valeurs de ρ_{R0-P} respectivement de 320 et 260 kg.m⁻³. Les mesures rapportées ci-dessous sont donc équivalentes à celles de Nguyen.

Sur le granulat de tournesol, un tri entre les particules sphériques de moelle et de plaquettes boisées réalisé sur le tournesol a permis d'établir des proportions volumiques respectives de 38 et 62%. A partir de ce résultat et de la détermination des masses volumiques réelles séparées des constituants, une masse volumique réelle du granulat de tournesol ρ_{R0-P} de 191kg.m⁻³ a pu être calculée. L'ensemble de la moelle et du bois de la tige de tournesol présente donc une masse volumique intrinsèque équivalente environ 20% plus faible que celle de la chènevotte.

Tableau II. 7. Récapitulatif des porosités et masses volumiques réelles des particules de chanvre et de tournesol à l'état sec.

Grandeur	Tige de chanvre défibré	Tige de tournesol			Unité
		Granulat ¹	Bois	Moelle	
ρ_S	1540 ²		1540 ²		[kg.m ⁻³]
ρ_{R0-P}	256 ± 40 ³	191	296 ± 38	20,1 ± 4,8	[kg.m ⁻³]
n_{TOT-P}	83 ± 2,7	87,6	80,3 ± 2,6	98,7 ± 0,3	[m ³ .m ⁻³]

¹ La masse volumique réelle du granulat de tournesol est obtenue à partir des proportions volumiques

² Masse volumique absolue de la cellulose prise par défaut [ROW 05]

³ Intervalle de confiance 2 σ (95%)

Dès lors que l'on connaît les masses volumiques réelles des granulats, la détermination de leurs masses volumiques en vrac permet de décrire précisément leurs porosités (cf. Tableau II. 8). Le granulat de tournesol en vrac s'avère ainsi plus léger d'environ 15% que le granulat de chènevotte. Cela est majoritairement dû à la plus

²⁴ n_{IEP} : Porosité inter-particulaire

grande porosité intra-particulaire n_{IA-P} de ce granulat. La compacité de son empilement est en effet plus grande avec une porosité inter-particulaire n_{IE-P} environ 10% plus faible que pour la chènevotte.

Tableau II. 8. Récapitulatif des porosités et masses volumiques en vrac des granulats de chanvre et de tournesol à l'état sec.

Grandeur	Granulat de chènevotte	Granulat de tournesol	Unité
ρ_{A0-G}	114,2 \pm 2,3*	97,2 \pm 1	[kg.m ⁻³]
n_{TOT-G}	92,4 \pm 0,15	93,7 \pm 0,03	[m ³ .m ⁻³]
n_{IE-P}	55,1 \pm 6,7	50,8	[m ³ .m ⁻³]
n_{IA-P}	37,2 \pm 0,1	43	[m ³ .m ⁻³]

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

II.2.1.c. Propriétés thermiques

Fortement liées à la masse volumique en vrac, les propriétés thermiques ont été mesurées grâce au couplage de deux méthodes semi-transitoires : le fil chaud et le plan chaud (cf. Chapitre III:II.6). Les sondes sont à chaque fois immergées dans un volume considéré comme infini de granulats en vrac. Les résultats dévoilent une conductivité thermique plus faible pour le granulat de tournesol qui avoisine 0,05 W.m⁻¹.K⁻¹. Une plus faible densité couplée à une plus grande part d'air intra-particulaire (n_{IA-P} 15% supérieur pour le tournesol) peuvent expliquer cette différence. Les valeurs mesurées pour le granulat de chènevotte sont équivalentes à celles de la littérature. Cerezo [CER 05] a ainsi mesuré une conductivité de 0,058 W.m⁻¹.K⁻¹ contre 0,0545 W.m⁻¹.K⁻¹ pour Magniont [MAG 09]. Il est intéressant de noter qu'une méthode semi-transitoire comme le fil chaud conduit à des résultats similaires à la méthode de la boîte chaude gardée opérée en régime stationnaire.

Tableau II. 9. Récapitulatif des caractéristiques thermiques des granulats de chanvre et de tournesol mesurées grâce à la méthode du fil chaud

Granulat	Conductivité thermique		Effusivité thermique e_{T-0} [W.s ^{1/2} .m ⁻² .K ⁻¹]	Capacité calorifique c_{T-0} [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]	Diffusivité thermique a_{T-0} [m ² .s ⁻¹]
	$\lambda_{T-35\%HR}$ [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	λ_{T-0} [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]			
Chanvre	0,072 \pm 0,005*	0,057 \pm 0,006	58,7 \pm 1,1*	526	9,6.10 ⁻⁷
Tournesol	0,056 \pm 0,002	0,052 \pm 0,002	54,2 \pm 7,8	583	9,1.10 ⁻⁷

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

Les autres caractéristiques présentées dans le Tableau II. 9, dont les relations de correspondance sont détaillées au Chapitre I:II.3.3., soulignent définitivement la similitude du comportement thermique des deux granulats. Le tournesol possède

néanmoins une effusivité moindre et une capacité calorifique légèrement plus importante.

II.2.2. Granulométrie, morphologie et surface spécifique

II.2.2.a. Tamisage mécanique

La granulométrie par tamisage est la technique de référence lorsqu'il s'agit de caractériser des granulates minéraux [AFN 96]. Dès lors que l'on s'intéresse à des broyats de tiges lignocellulosiques, les tamis à mailles carrées présentent un intérêt limité car ils ne tiennent pas compte de l'élongation des granulates [IGA 09]. Néanmoins, l'observation séparée des tamisats après l'essai permet de s'apercevoir que globalement, la longueur moyenne des particules évolue peu. C'est ce que nous montre la Figure II. 23, où seules l'épaisseur et la largeur de particule permettent de conditionner le passage d'un tamis à l'autre.

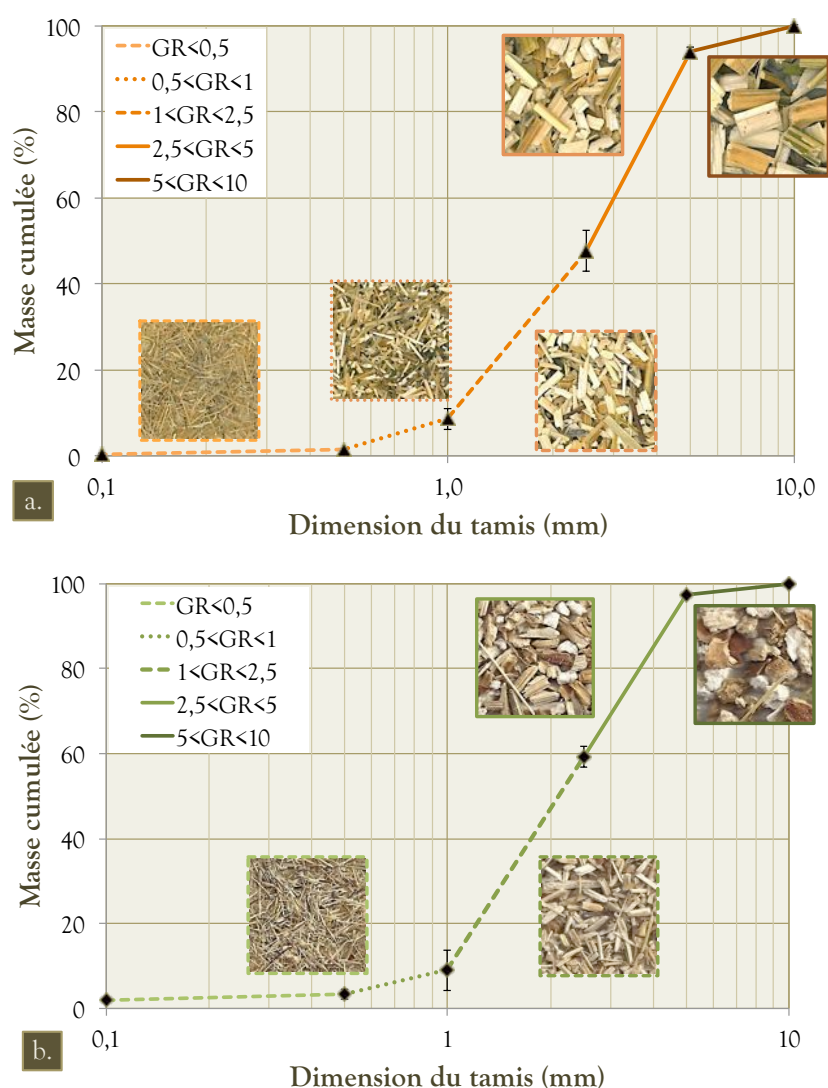


Figure II. 23. Courbes granulométriques des granulates de chanvre (a) et de tournesol (b) obtenues par tamisage.

D'un point de vue comparatif, les granulats de chanvre et de tournesol présentent une granulométrie similaire. Ainsi, le passant médian de particule correspondant à 50% en masse des granulats de chanvre et de tournesol est respectivement 2,6 et 2,25 (cf. Tableau II. 10). Néanmoins, une observation visuelle macroscopique des granulats nous permet de voir des différences majeures. **La technique de tamisage mécanique n'est donc ni adaptée à la détermination de la granulométrie d'un broyat lignocellulosique, ni à la comparaison de deux granulats de nature différentes.**

II.2.2.b. Analyse des granulats par imagerie: quel apport ?

L'analyse d'image apporte des informations nettement plus exhaustives que le tamisage mécanique. La comparaison des deux granulats par cette méthode (cf. Figure II. 24) laisse apparaître, contrairement au tamisage, des différences significatives des axes majeurs et mineurs ainsi que du diamètre équivalent (cf. Figure II. 24a). Le granulat de chanvre se trouve être plus grossier que celui de tournesol avec notamment un diamètre équivalent médian de la surface cumulé de 4,2mm contre 3,1mm. Par ailleurs, l'écart entre la médiane $D(a,0.5)$ des axes mineur et majeur est nettement plus grand pour la chènevotte (6,23mm) que pour le granulat de tournesol (3,77mm) ce qui laisse transparaître à première vue une plus grande hétérogénéité du granulat.

En réalité, l'observation d'un paramètre comme l'**élongation de particule** permet de distinguer deux populations distinctes pour le granulat de tournesol (cf. Figure II. 24b). Globalement et ce pour les deux types de granulats, on observe une distribution principale en loi log-normale. Dans le cas du granulat de tournesol, une seconde population de faible élongation est visible dans la partie gauche du graphique (1 à 2 m/m). Si l'on observe maintenant la **circularité** des échantillons, une distribution en loi normale semble décrire la chènevotte (cf. Figure II. 24c). En revanche, le tournesol semble présenter 3 populations :

✎ Une **population principale** suivant une loi normale et centrée à 0,46. Elle constitue les plaquettes parallépipédiques de géométrie équivalente à la chènevotte ;

✎ Une **population secondaire** de grande circularité comprise entre 0,5 et 0,95. Elle correspond à la même population de faible élongation décrite ci-dessus. Par analogie, on peut déduire qu'elle est représentée les sphères de moelle cellulosique;

Une population tertiaire de faible circularité comprise entre 0 et 0,4. Elle s'apparente aux aiguilles de fort élancement formées par le phloème lors du broyage (cf. §II.2.3.d).

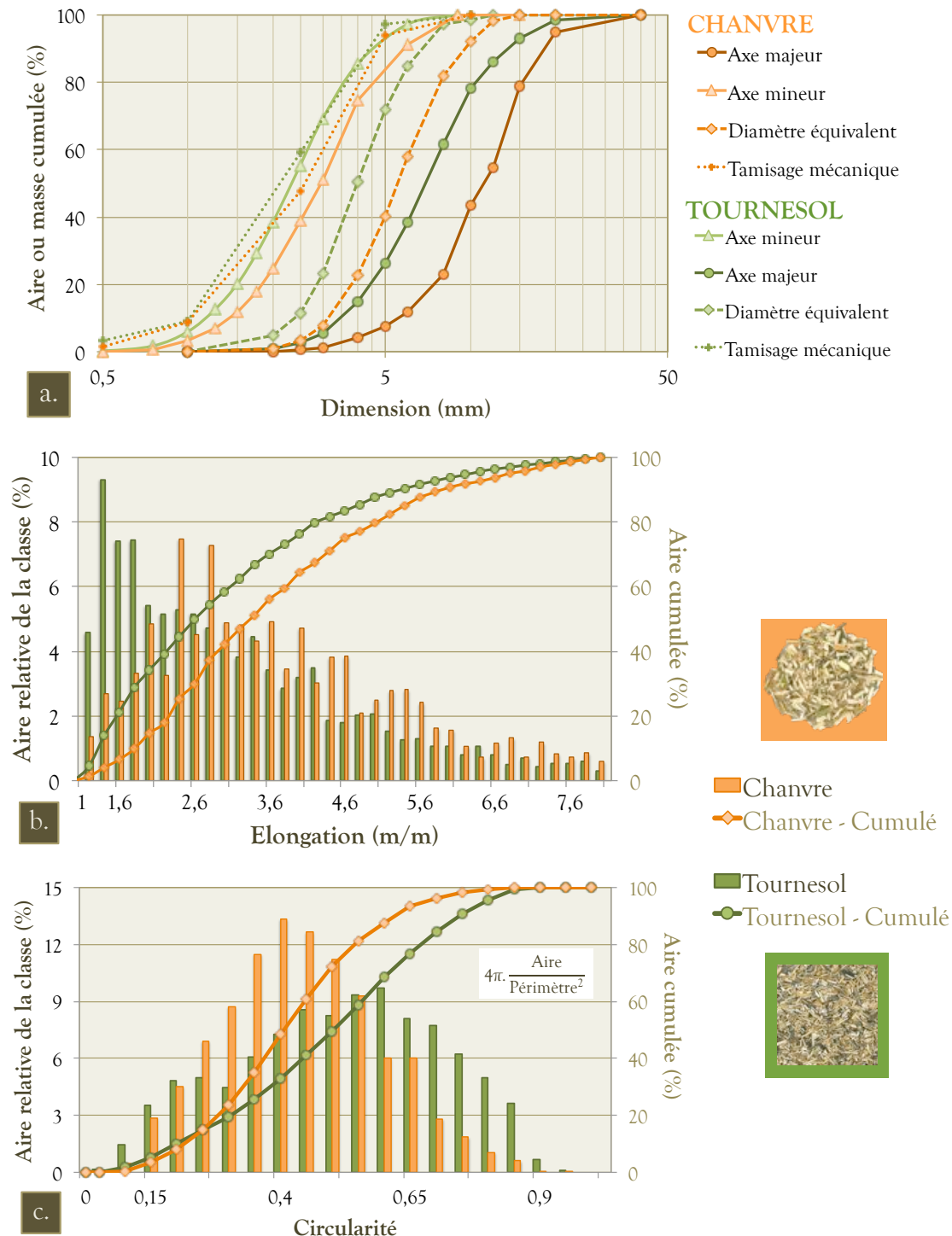


Figure II. 24. Analyse d'image réalisée Courbes granulométriques des granulats de chanvre (a) et de tournesol (b) obtenues par tamisage.

L'analyse d'image nous permet donc une analyse plus fine, qui pourrait s'étendre jusqu'à une analyse de loi multimodale. Alors que le granulat de chanvre possède une seule et unique phase dont l'élongation et la circularité suivent respectivement une loi log-normale et normale, le granulat de tournesol s'avère plus complexe. Deux populations de particules ont ainsi pu être distinguées avec l'élongation, trois avec la répartition de la circularité. Cette distinction peut permettre de définir une estimation de la surface

spécifique des granulats. Il s'agit là d'un paramètre de grande importance lorsque l'on s'intéresse à un liant (Blaine, BET, ...). Il n'est en revanche pas utilisé en ce qui concerne les granulats minéraux, la granulométrie étant jugée suffisante.

Tableau II. 10. Récapitulatif des caractéristiques de distribution des paramètres géométriques et morphologiques des granulats de chanvre et de tournesol.

Granulat	Tamissage [mm]	Axe majeur [mm]	Axe mineur [mm]	Diamètre équivalent [mm]	Elongation [m.m ⁻¹]	Circularité
Granulat de chènevotte						
D(a, 0.1) ¹	1	5,6	1,4	3,15	1,85	0,21
D(a, 0.5) ²	2,6	8,48	2,25	4,17	4,65	0,44
D(a, 0.9) ³	4,75	18,55	5,8	9,65	5,9	0,625
SPAN ⁴	1,44	1,53	1,96	1,56	0,87	0,94
Granulat de tournesol						
D(a, 0.1)	1	3,4	1,2	2,4	1,35	0,2
D(a, 0.5)	2,25	5,66	1,89	3,1	3,74	0,52
D(a, 0.9)	4,5	13,6	4,5	6,8	5,3	0,75
SPAN	1,56	1,8	1,75	1,42	1,06	1,06

¹ D(a, 0.1) : Diamètre correspondant à 10% des poudres en aire cumulée sur l'image.

² D(a, 0.5) : Diamètre médian correspondant à 50% des poudres en aire cumulée sur l'image.

³ D(a, 0.9) : Diamètre correspondant à 90% des poudres en aire cumulée sur l'image.

⁴ SPAN : Coefficient de polydispersité caractéristique de l'étalement du paramètre (cf. §I.1.2).

II.2.2.c. Estimation de la surface spécifique

Dans le cas spécifique des granulats lignocellulosiques, le problème d'interface généralisé, décrit à l'occasion de la partie bibliographique de ce document, laisse présager de l'utilité d'une caractéristique telle que la surface spécifique. Elle peut en effet revêtir une importance pour le dosage du liant ou encore le prémouillage des granulats lors de la mise en œuvre du béton. Ce point sera rediscuté à l'occasion du §II.2.6.

Une **estimation de la surface spécifique** $S_{\text{SPE-G}}$ d'un granulat peut être effectuée à partir des résultats de l'analyse d'image. Elle correspond à la somme de la surface des n particules de l'échantillon rapportée à la masse sèche de cet échantillon :

$$S_{\text{SPE-G}} = \frac{1}{m_G} \sum_{i=0}^{n-1} S_i \quad \text{Eq. II. 15.}$$

Son calcul nécessite néanmoins de déterminer la **surface réelle** S_i des n particules constituant l'échantillon. Il convient donc en premier lieu de définir la géométrie

tridimensionnelle de chaque particule à partir de l'analyse d'image décrite précédemment. Au vu des résultats, il sera considéré que le granulats de chènevotte est uniquement constitué de parallélépipèdes rectangles. L'aire A_i et le périmètre P_i de chaque particule étant connus grâce à l'analyse d'image, il convient de définir leur épaisseur. La parti pris pour l'estimation réalisée est de considérer l'épaisseur e_i des granulats comme étant dépendante de leur aire relative $A_i/A_{\bar{X}}$ où $A_{\bar{X}}$ est l'aire moyenne des particules de l'échantillon soit :

$$e_i = e_{\bar{X}} \frac{A_i}{A_{\bar{X}}} \quad \text{Eq. II. 16.}$$

Où $e_{\bar{X}}$ est l'épaisseur moyenne des particules parallélépipédiques constituant le granulats. Cette caractéristique a été mesurée à l'aide d'un pied à coulisse (résolution 0,01mm) sur un échantillon de 100 particules prélevées aléatoirement.

Tableau II. 11. Calcul des surfaces spécifiques des particules pour des géométries modèle.

Géométrie de la particule	Formule	Grandeurs
Parallélépipédique	$S_i = 2.A_i + P_i.e_{\bar{X}} \frac{A_i}{A_{\bar{X}}}$	P_i : Périmètre A_i : Aire e_i : Epaisseur
Cylindrique	$S_i = \pi.L_m \left(\frac{L_m}{2} + L_M \right)$	L_m : Axe mineur L_M : Axe majeur
Sphérique	$S_i = 4.A_i$	

Le cas du granulats de tournesol est plus complexe puisqu'il présente trois types de particules : cylindriques, parallélépipédiques et sphériques. Le parti a été pris de les classer par rapport à leur répartition en circularité (cf. Figure II. 25). Les bornes ont été fixées à l'intersection entre les lois normales correspondant à chaque géométrie.

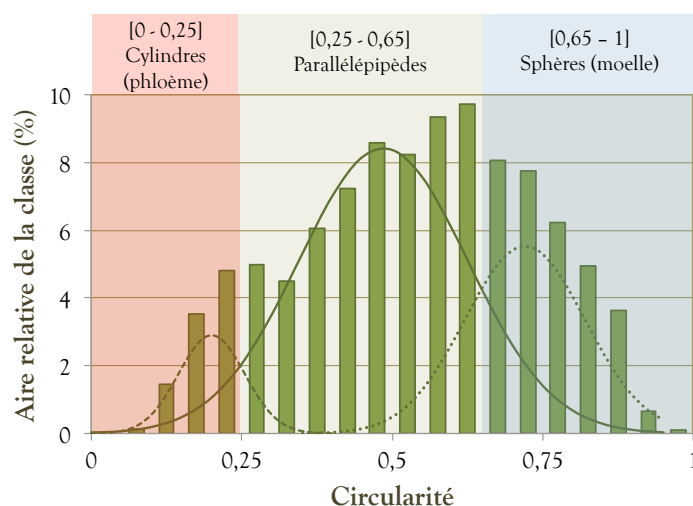


Figure II. 25. Répartition géométrique du granulats de tournesol réalisée à partir d'une distribution basée sur la circularité des particules.

Cette convention permet de calculer, à partir des formules de surface rassemblées dans le Tableau II. 11, une estimation de la surface spécifique du granulat multi-phasé. Cette méthode expérimentée sur les granulats de **chènevotte** et de **tournesol** utilisés dans cette étude a permis de calculer des **surfaces spécifiques** S_{SPEG} respectives de $195\text{cm}^2.\text{g}^{-1}$ et $226\text{cm}^2.\text{g}^{-1}$.

II.2.3. Structuration microscopique et macroscopique des granulats

II.2.3.a. Observation macroscopique des faces caractéristiques

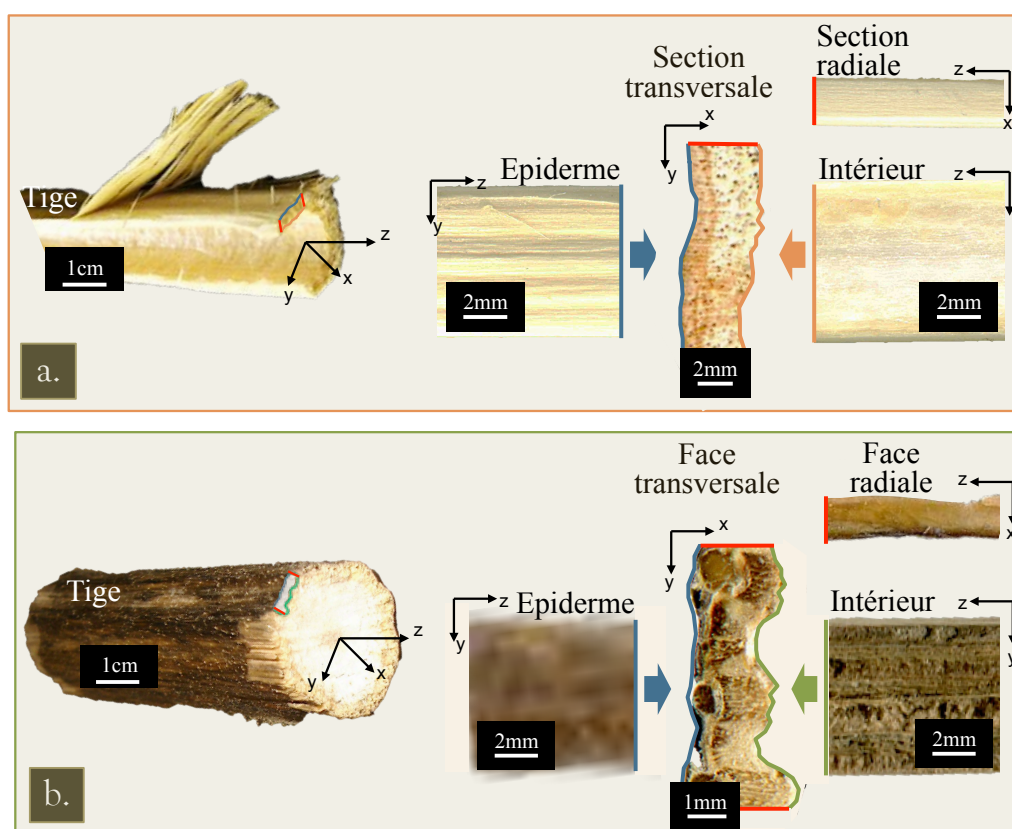


Figure II. 26. Surfaces caractéristiques des granulats boisés de chanvre (a) et de tournesol (b) obtenus après broyage.

La transformation de tiges lignocellulosiques lors d'un broyage conduit à la formation de plaquettes de bois parallélépipédiques, si l'on excepte la moelle sphérique du tournesol. Chacune d'entre elles possède quatre surfaces caractéristiques dont les aspects macroscopiques sont détaillés ci-dessous pour le **chanvre** (Figure II. 26.a) et le **tournesol** (Figure II. 26.b) :

- ☒ La face intérieure ;
- ☒ La face épidermique;
- ☒ La face transversale ou section transversale ;
- ☒ La face radiale ou section radiale.

II.2.3.b. Face intérieure

Il s'agit de la face qui donne sur l'intérieur de la tige ou sur la moelle cellulosique, souvent décollée lors du broyage.

✂ **Chanvre** (cf. Figure II. 27a): dans le cas des granulats de chanvre, il s'agit principalement de moelle cellulosique plus ou moins écrasée, ne présentant qu'une faible porosité et d'aspect globalement lisse. Les conclusions de l'observation au MEB sont identiques pour l'échelle microscopique ;

✂ **Tournesol** (cf. Figure II. 27b): Dans le cas du tournesol, la structuration plus complexe laisse apparaître de la moelle cellulosique et des tissus vasculaires ligneux. La porosité et la rugosité sont très importantes. Les observations macroscopiques et au MEB laissent apparaître une alternance des zones du système vasculaire et des zones de moelle organisées longitudinalement à la tige.

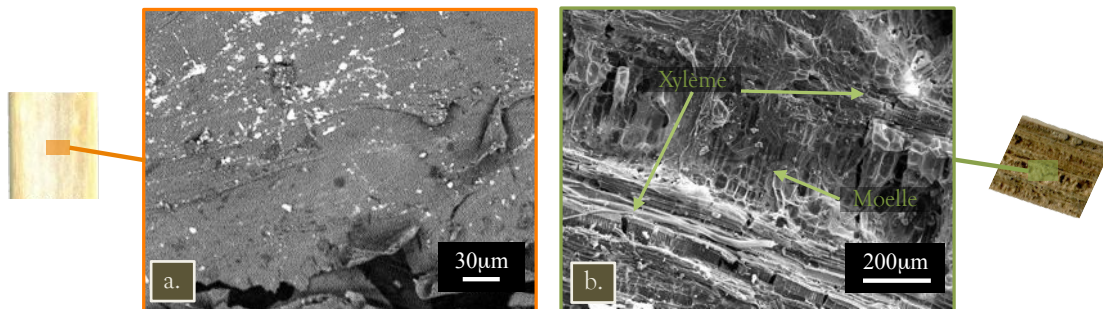


Figure II. 27. Faces intérieures observées au MEB des granulats boisés de chanvre (a) et de tournesol (b) obtenus après broyage.

II.2.3.c. Face épidermique

La face correspondant à l'extérieur de la tige, qu'elle ait été défibrée ou non, sera appelée face épidermique ou épiderme. De composition fortement lignique, ce qui lui confère une qualité de revêtement hydrophobe, l'épiderme joue un rôle protecteur de la structure fonctionnelle de la plante.

✂ **Chanvre** (cf. Figure II. 28a): L'épiderme des granulats de chanvre a été modifié lors d'une phase de défibrage. On retrouve donc en surface des fibres résiduelles et une structure globalement lisse ne présentant pas de macro-porosité. Une observation au MEB laisse apparaître sur les zones entièrement défibrées des structures caractéristiques du xylème et du réseau vasculaire présentant une forte porosité.

✂ **Tournesol** (cf. Figure II. 28b): La surface épidermique de la tige de tournesol n'est pas transformée par une opération de défibrage. Elle présente une légère rugosité mais pas de macro-porosité. Contrairement à la chènevotte, la structure poreuse du bois n'est pas visible sur cette face.

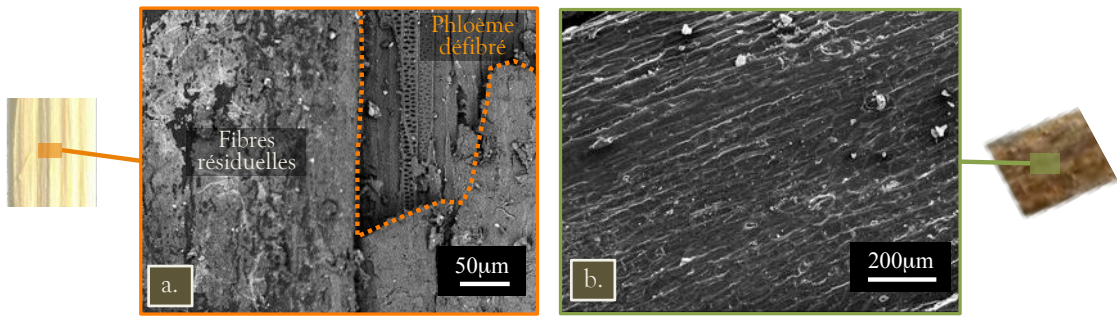


Figure II. 28. Faces épidermiques observées au MEB des granulats boisés de chanvre (a) et de tournesol (b) obtenus après broyage.

II.2.3.d. Face transversale ou section transversale

Il s'agit de la face qui laisse apparaître l'ouverture circulaire des vaisseaux et cellules du parenchyme orientés longitudinalement à la tige. Elle offre donc une porosité et une rugosité très importantes.

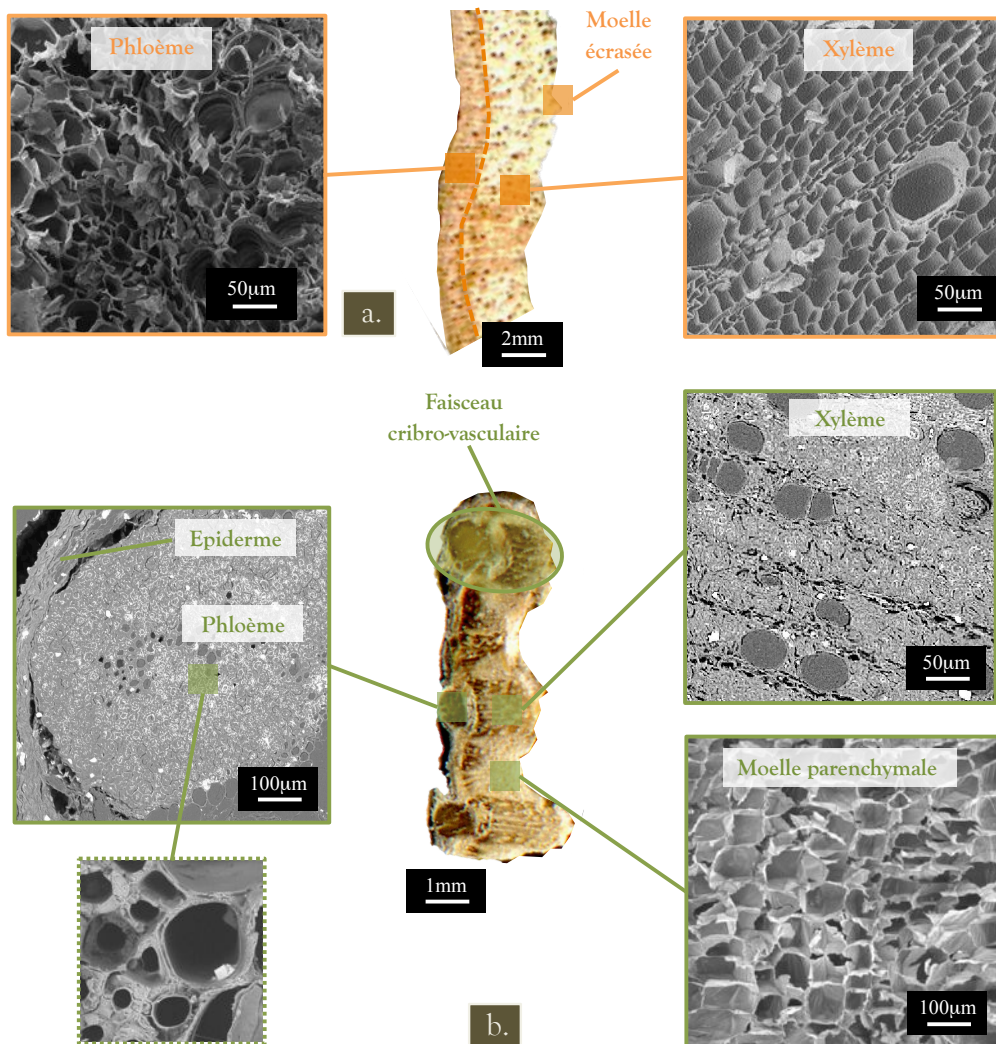


Figure II. 29. Coupes transversales observées au MEB des granulats boisés de chanvre (a) et de tournesol (b) obtenus après broyage.

✂ **Chanvre** (cf. Figure II. 29a): Le chanvre, s'il est correctement défibré, ne laisse plus apparaître de fibres corticales sur sa face extérieure. La section transversale présentée en Figure II. 29a reflète alors deux régions principales organisées en parallèle. La partie contenant le phloème, située à la périphérie de la tige, est constituée de cellules organisée en rangées autour de vaisseaux d'un diamètre d'environ 50µm. Une seconde partie située vers l'intérieur de la tige et plus épaisse que la précédente peut être identifiée comme le xylème. Des cellules d'ouverture carrée et de taille homogène (20µm) sont organisées par rangées autour de vaisseaux conducteurs de diamètre supérieur à 50µm.

✂ **Tournesol** (cf. Figure II. 29b): La coupe transversale laisse apparaître une alternance entre les faisceaux cribro-vasculaires, constitués principalement du xylème et du phloème, et un ensemble plus poreux incluant notamment de la moelle. La structure du phloème s'apparente à un ensemble de cellules très lignifiées organisées de façon circulaire. Dans le granulat divisé, le phloème est parfois détaché de la structure décrite ci-dessous pour former de longues aiguilles de forte rigidité.

II.2.3.e. Face radiale ou section longitudinale radiale

La face radiale est en fait une section longitudinale de la tige effectuée dans le sens radial à celle-ci (cf. Chapitre I : I.2.3b). Lors du processus de transformation, la formation de particules parallélépipédiques laisse apparaître deux faces de ce type (cf. §II.2.3.a).

✂ **Chanvre** (cf. Figure II. 30a): cette section de la tige de chanvre laisse apparaître le phloème primaire du côté de l'épiderme. Il est constitué d'un réseau de tubes criblés de ponctuations de 20 à 30µm de diamètre et est entouré de trachéides allongées aux extrémités obstruées. Le xylème, conducteur de la sève brute, est structuré autour de gros vaisseaux d'environ de 50mm de diamètre également criblés de ponctuations et complètement ouverts à leur extrémités. Les trachéides aux extrémités fermées, d'élancement quatre, sont organisées par rangées autour du vaisseau.

✂ **Tournesol** (cf. Figure II. 30b): La section longitudinale radiale laisse apparaître trois phases distinctes : l'épiderme, la partie boisée et la moelle. Notons que les parties conductrices sont généralement constituées de vaisseaux aux multiples ouvertures circulaires d'un diamètre proche de 50µm. Autour d'eux sont structurés des cellules longues de quelques centaines de microns et d'un diamètre compris entre 20 et 30mm. Ce système conducteur est généralement entouré de cellules parenchymales cubiques d'environ 50µm de côté qui joue le rôle de remplissage.

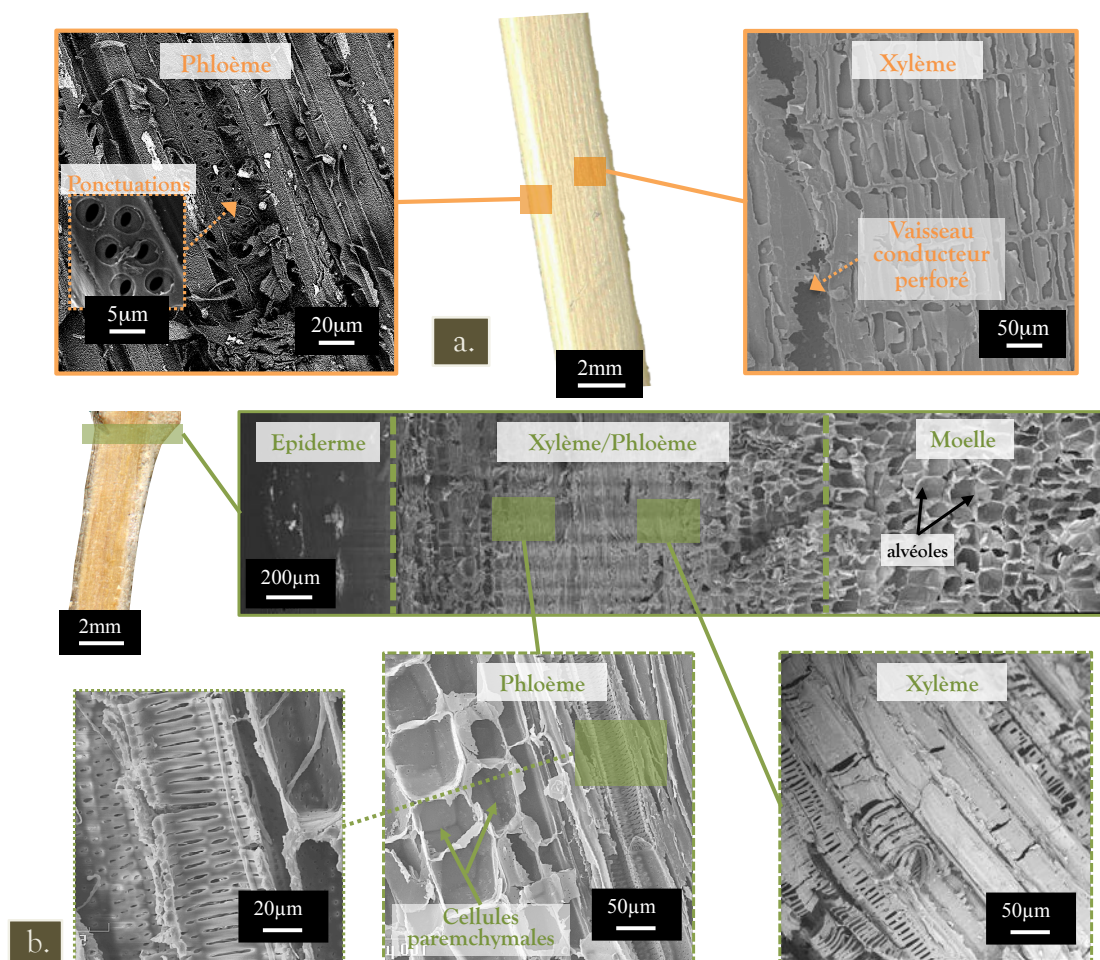


Figure II. 30. Coupes radiales longitudinales observées au MEB des granulats boisés de chanvre (a) et de tournesol (b) obtenus après broyage.

II.2.3.f. Bilan architectural

Les caractéristiques macroscopiques des différentes faces des plaquettes de bois sont récapitulées dans le Tableau II. 12. De ces caractéristiques vont dépendre l'aptitude à la mouillabilité ou à l'accroche mécanique, concepts qui sont à la base de tout processus d'adhésion.

Tableau II. 12. Observation macroscopique des faces caractéristiques des granulats

Face	Chanvre d'Auvergne					Broyat de tige de tournesol				
	Composants*			Porosité	Rugosité	Composants*			Porosité	Rugosité
	Fib.	Bois	Moe.			Epi.	Bois	Moe.		
Intérieur			X	+	+		X	X	++	++
Epiderme	X	X		0	+	X	X		0	+
Transversale		X		+++	+++		X		+++	+++
Radiale		X		0			X		0	+

*Fib : Fibres résiduelles, Bois : xylème et phloème, Moe : moelle cellulosique, Epi. : Epiderme

Dès lors que des transferts (par capillarité ou diffusion) sont à même de s'effectuer (c'est à dire après le mouillage), les dimensions caractéristiques et l'architecture interne des particules revêtent une importance plus grande que celle de la surface. Un récapitulatif est donc proposé dans le Tableau II. 13.

Tableau II. 13. Dimensions intrinsèques caractéristiques des tiges de chanvre et de tournesol

Type de structure	Tige de chanvre	Tige de tournesol	Unité
Epaisseur du bois (xylème, phloème et épiderme)	1 - 5	1,5 - 4	[mm]
Diamètre des vaisseaux	40-50	40-50	[μm]
Diamètre des trachéides	10-20	5-30	[μm]
Côté des cellules parenchymales	-	50-60	[μm]
Côté des alvéoles de moelle	-	80-100	[μm]
Diamètre des ponctuations	2-3	2-5	[μm]

II.2.4. Composition chimique

Les granulats lignocellulosiques étudiés possèdent des compositions chimiques proches. Les composants majoritaires sont ceux détaillés au Chapitre I, à savoir la cellulose, les hémicelluloses, la lignine et les pectines. Le Tableau II. 14 effectue un récapitulatif des analyses chimiques trouvées dans la bibliographie. Les principales différences pouvant être retenues sont les suivantes :

✂ **Cellulose** : Les produits de la tige de chanvre, particulièrement les fibres, sont plus riches en cellulose. Il s'agit également du constituant largement majoritaire dans la moelle de tournesol ;

✂ **Hémicelluloses** : La tige de tournesol est environ deux fois plus riche en hémicelluloses que la tige de chanvre. Rappelons que ces composés sont hydrophiles, facilement extractibles et génèrent du gonflement structurel [ROW 05] ;

✂ **Lignine** : La chènevotte apparaît plus riche (28%) en lignine que le bois de la tige de tournesol (~17%). Cette substance hydrophobe recouvre généralement l'intérieur du lumen des cellules ;

✂ **Pectines** : Les pectines, situées principalement au niveau de la lamelle mitoyenne, sont présentes en quantité équivalente (~6%) dans la chènevotte et le bois de la tige de tournesol.

Tableau II. 14. Composition chimique massique des différentes parties des tiges de chanvre et de tournesol

Type de matière	Cellulose (Cellulose α) %	Hemicelluloses (Cellulose β , γ) %	Lignine %	Pectines %	Cendres %	Cires et protéines %
Chènevotte [GAR 98]	48	12	28	6	2	4
Fibre de chanvre [GAR 98]	55	16	4	18	4	3
Fibre de chanvre [SED 07-2]	56,1	10,9	6	20,1	-	7,9
Tige de tournesol [JIM 93]	42,1	29,7	13,4	5,9	7,9	1
Tige de tournesol sans moelle [JIM 93]	38,6	22,8	16,2	-	12,2	-
Tige de tournesol sans moelle [KHR 96]	41,4	30	18,3	-	8,9	-
Moelle [YIN 07]	47,4	9,4	3,5	6	20,4	-

II.2.5. Mouillabilité de surface

Une description des phénomènes et lois régissant la mouillabilité de surface est proposée au Chapitre II. Rappelons juste que le mouillage d'une surface poreuse par un liquide est un prérequis indispensable à l'adhérence et aux transferts de masse entre ces deux entités. Dans le cas qui nous concerne, l'adhésion d'un liant sur une particule végétale ne peut s'effectuer que si le liquide interstitiel assure le mouillage particulaire. La chimie de surface est donc dans ce cas plus importante que la composition chimique globale observée au paragraphe précédent.

II.2.5.a. Groupements chimiques de surface et bilan électrostatique

Une première analyse peut être effectuée quant à la capacité des matières organiques composant le tournesol et le chanvre à attirer électrostatiquement des particules minérales en suspension. Des mesures réalisées sur des broyats de chanvre et de tournesol (passant $<30\mu\text{m}$) démontrent un potentiel Zeta ζ (cf. Chapitre III:I.1.3.a) négatif et équivalent pour ces deux matières (cf. Figure II. 31). Il s'établit autour de -17mV dans une eau distillée et -8mV dans une eau de chaux²⁵ ($[\text{Ca}(\text{OH})_2]=1,3.10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$). Notons qu'une solution saturée de chaux dont le pH s'établit à 12,3 est plus représentative du milieu interstitiel du liant.

²⁵ La solubilité de l'hydroxyde de calcium $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dans l'eau est de $1,3.10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$. L'eau de chaux est une solution d'eau distillée saturée en $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

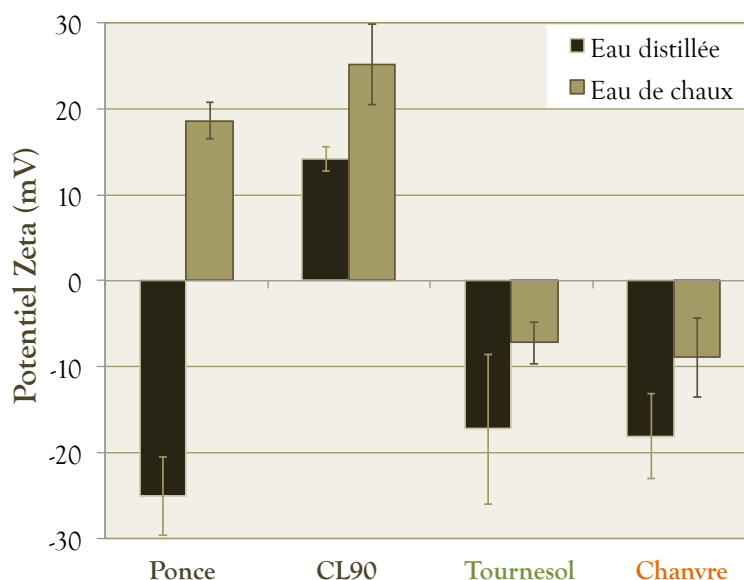


Figure II. 31. Potentiel Zeta des poudres minérales du liant et des granulats végétaux broyés ($<30\mu\text{m}$) déterminé dans l'eau distillée et dans une eau saturée en chaux ($1,3 \cdot 10^{-2} \text{mol.L}^{-1}$).

Si l'on s'intéresse désormais au **potentiel Zeta des poudres minérales**, il s'avère positif dans une eau de chaux pour la ponce ($\zeta=18\text{mV}$) et la chaux CL90 ($\zeta=25\text{mV}$). Les poudres minérales possèdent donc dans ce milieu basique une aptitude à la coagulation avec les matières végétales des tiges lignocellulosiques. Lors d'une mise en contact d'un liant ponce/chaux (cf. Chapitre VI) avec une particule lignocellulosique, des liaisons de type Van Der Waals vont dès lors engendrer une fixation de particules minérales sur la surface végétale.

Par ailleurs, les faces internes et épidermiques des granulats possèdent un grand nombre de liaisons hydroxydes. Une analyse des surfaces internes et épidermiques en IRTF (cf. Figure II. 32) laisse apparaître qu'une partie de ces liaisons $-\text{OH}$ sont déjà utilisées. Il s'agit là du reflet de l'adsorption d'humidité en surface ($3600\text{-}3100\text{cm}^{-1}$).

L'analyse des **spectres en IRTF** de particules de chanvre et de tournesol révèle de la **grande similitude des deux faces du chanvre et de la face interne du tournesol**. Le descriptif des pics et bandes d'absorption est visible en Annexe B.5.

Globalement, seule la composition de l'épiderme du tournesol diffère réellement. Ainsi, cette dernière est nettement plus riche en cires et graisses repérées par les étirements symétrique (2850cm^{-1}) et asymétrique (2920cm^{-1}) des groupements méthylène. L'autre différence majeure concerne la faible quantité de cellulose et d'hémicelluloses visibles sur les pics des vibrations antisymétriques (1160cm^{-1}) et symétriques (1040cm^{-1}) des liaisons simples C-O. L'observation réciproque qui peut être faite est une diminution vibratoire des groupements hydroxydes $-\text{OH}$ rendus disponibles par les hémicelluloses et la cellulose. Globalement, la surface de l'épiderme est donc plus riche en substances hydrophobes comme les cires, les graisses ou la lignine. Cela souligne la fonctionnalité de cette surface qui se doit d'agir comme un revêtement protecteur de la tige. Etant donné

les étapes de transformation ayant conduit à l'élimination des fibres de la surface extérieure de la chènevotte, peu de différences sont visibles entre les faces épidermique et intérieure pour ce type de particules.

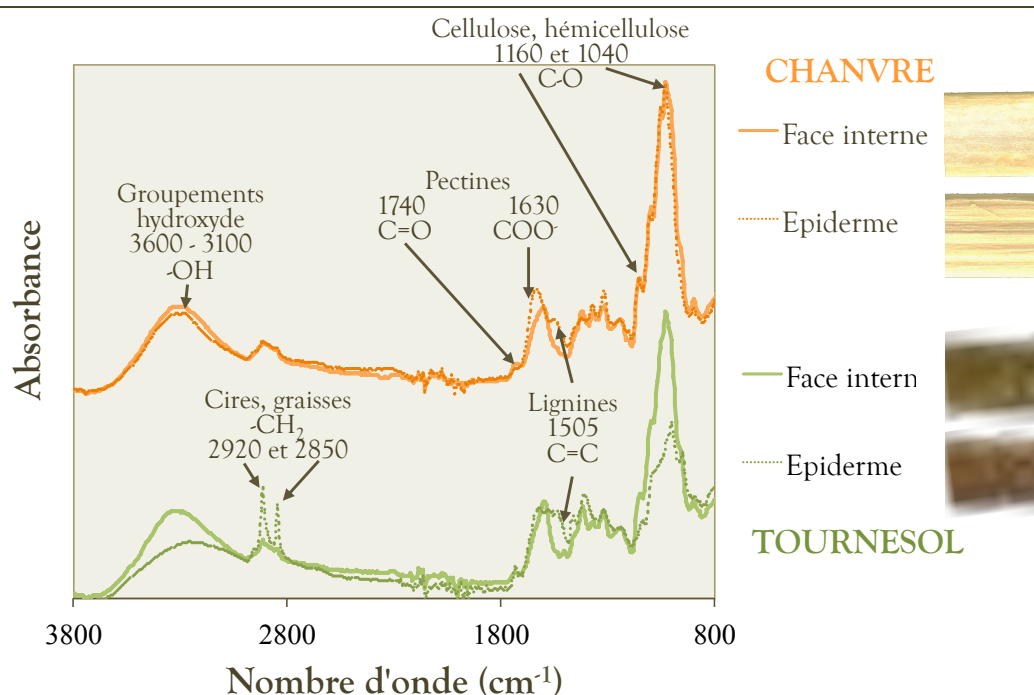


Figure II. 32. Spectres d'absorbance (IR 4000-400 cm^{-1}) des faces internes et épidermiques des granulats de chanvre et de tournesol réalisés en ATR-IRTF.

II.2.5.b. Aptitude à la mouillabilité

La mesure des angles de contact semble infirmer en partie les analyses IRTF du paragraphe précédent (cf. Figure II. 33a). Ainsi, la surface s'avérant être la plus hydrophile au moment du dépôt de la goutte est l'épiderme du tournesol (76°), la face interne étant initialement quasi-hydrophobe (86°). Cela s'explique par une rugosité de surface très importante sur la face interne du tournesol qui maintient pendant un court instant la goutte sous forme de sphère (cf. Figure II. 33c). Pour le granulat de chènevotte défibré, peu de différences sont visibles au moment du dépôt de la goutte, les deux faces étant initialement hydrophobes ($\theta > 90^\circ$).

Les différences majeures concernant le comportement mouillant sont visibles après 60 secondes. Les surfaces des faces épidermiques conduisent à un étalement progressif et limité de la goutte déposée (cf. Figure II. 33b). Le comportement des surfaces internes est très différent puisque très rapidement, la goutte subit un fort étalement puis est absorbée dans la structure de la particule (cf. Figure II. 33c). On peut relier cette observation à la forte teneur en hémicelluloses, très hydrophile, des faces internes (cf. §II.2.5.a). Pour assurer la fonctionnalité de la plante, les parois primaires des cellules situées à l'intérieur de la tige, notamment de la moelle, sont en effet constituées de substances hydrophiles (cellulose, hémicelluloses) (cf. Chapitre I: I.2.3).

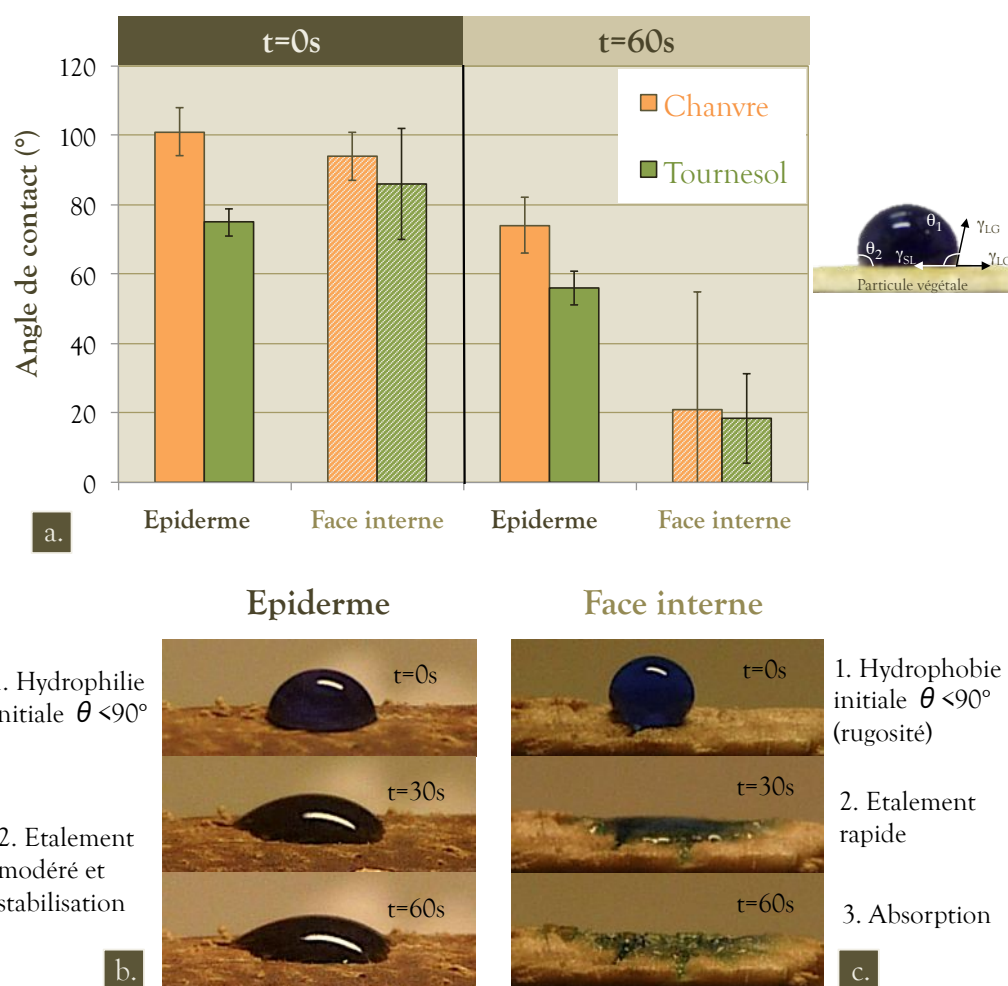


Figure II. 33. Angles de contact formés par une goutte d'eau sur les faces épidermique et interne des particules de chanvre et de tournesol après 0 et 60s (a). Observation de l'étalement caractéristique de la goutte entre 0 et 60 secondes sur la face épidermique (b) et interne (c) des granulats de tournesol.

II.2.6. Comportement en adsorption/absorption d'eau

II.2.6.a. Adsorption/absorption et gonflement de plaquettes

Avant de réellement s'intéresser au comportement en immersion des granulats transformés, l'étude du comportement d'une plaquette unitaire peut apporter des informations préliminaires. Dans cette optique, des plaquettes de chanvre et de tournesol ($[2-3] \times 7 \times 60 \text{ mm}^3$) ont été immergées dans de l'eau du réseau ($\gamma_{LG} = 72 \text{ mN.m}^{-1}$). Les courbes d'absorption/adsorption obtenues (cf. Figure II. 34a) présentent trois phases successives:

- ✂ Adsorption de l'eau en surface de particule ;
- ✂ Absorption de l'eau dans la structure interne de la particule ;
- ✂ Diffusion progressive de l'air emprisonné.

La **première phase d'adsorption de surface** conduit à une **prise de masse quasi-instantanée** W_0 de la plaquette. Elle souligne le caractère rapide du mouillage des particules de chanvre et de tournesol, déjà souligné lors des mesures d'angles de contact (cf. §II.2.5.b). Notons que la prise de masse adsorptive est directement liée au rapport entre la surface du granulat et sa masse, mais aussi à la tension superficielle du liquide d'immersion.

Les courbes à proprement parler (cf. Figure II. 34a) décrivent dans une **seconde phase l'absorption dans la structure végétale** dont la cinétique **dépend de la racine du temps**. Cela démontre le **comportement de type diffusif** de cette propagation de l'eau dans la structure jusqu'à 14 ou 24 heures. Un infléchissement de la courbe relatif à un ralentissement de cette diffusion dénote l'influence de la dimension « finie » des plaquettes. Il convient de noter que l'épaisseur de la plaquette a une grande influence sur le début de ce ralentissement. Une plaquette de moindre épaisseur tend vers un équilibre plus rapidement. La diffusion ne s'effectue donc pas uniquement dans la direction longitudinale mais aussi de façon radiale.

La **troisième phase** du comportement s'initie au début de l'infléchissement de la courbe qui marque le remplissage de la particule par l'eau liquide. Cette phase correspond à la **diffusion de l'air piégé dans la particule** vers l'extérieur et est extrêmement lente [AFN 99-2].

Le phénomène d'adsorption/absorption dans les plaquettes avant le début de la troisième phase peut donc être décrit par une relation simple :

$$W(t) = C_A \sqrt{t} + W_0 \quad \text{Eq. II. 17.}$$

⌘ W_0 : Adsorption initiale d'eau en surface de la plaquette [kg.kg⁻¹];

⌘ C_A : Coefficient d'absorption en eau de la plaquette [kg.s^{-1/2}].

La comparaison des résultats entre les plaquettes de chanvre et de tournesol souligne les plus fortes capacités d'adsorption et d'absorption du granulat de tournesol. L'adsorption plus grande peut s'expliquer par la surface rugueuse de la face interne des particules de tournesol (cf. §0). La surface mouillable offerte est dès lors augmentée par la multiplicité des surfaces offertes par la moelle cellulosique, déchiquetée lors de la transformation.

La mise en contact des particules végétales avec l'eau, conduisant à l'intégration de cette dernière par adsorption/absorption, est responsable d'un gonflement structural (cf. Chapitre III:II.5.2). Ce gonflement s'opère lorsque l'eau diffuse dans les parois cellulaires et vient former des liaisons hydroxydes avec les composés hydrophiles tels que les hémicelluloses et la cellulose. La Figure II. 34b montre que le gonflement tangentiel G_{T_SAT} s'établit aux alentours de 9% pour des plaquettes de chanvre et de tournesol préalablement séchées. Ce processus est plus rapide que l'absorption d'eau puisqu'il faut environ 20 heures au granulat de chanvre et 7 heures à celui de tournesol pour devenir

stables dimensionnellement. Cette stabilisation est le signe que les parois cellulaires ont atteint le point de saturation de leurs fibres ou FSP²⁶ qui s'établit en général entre 40 et 50% de la masse initiale [ROW 05].

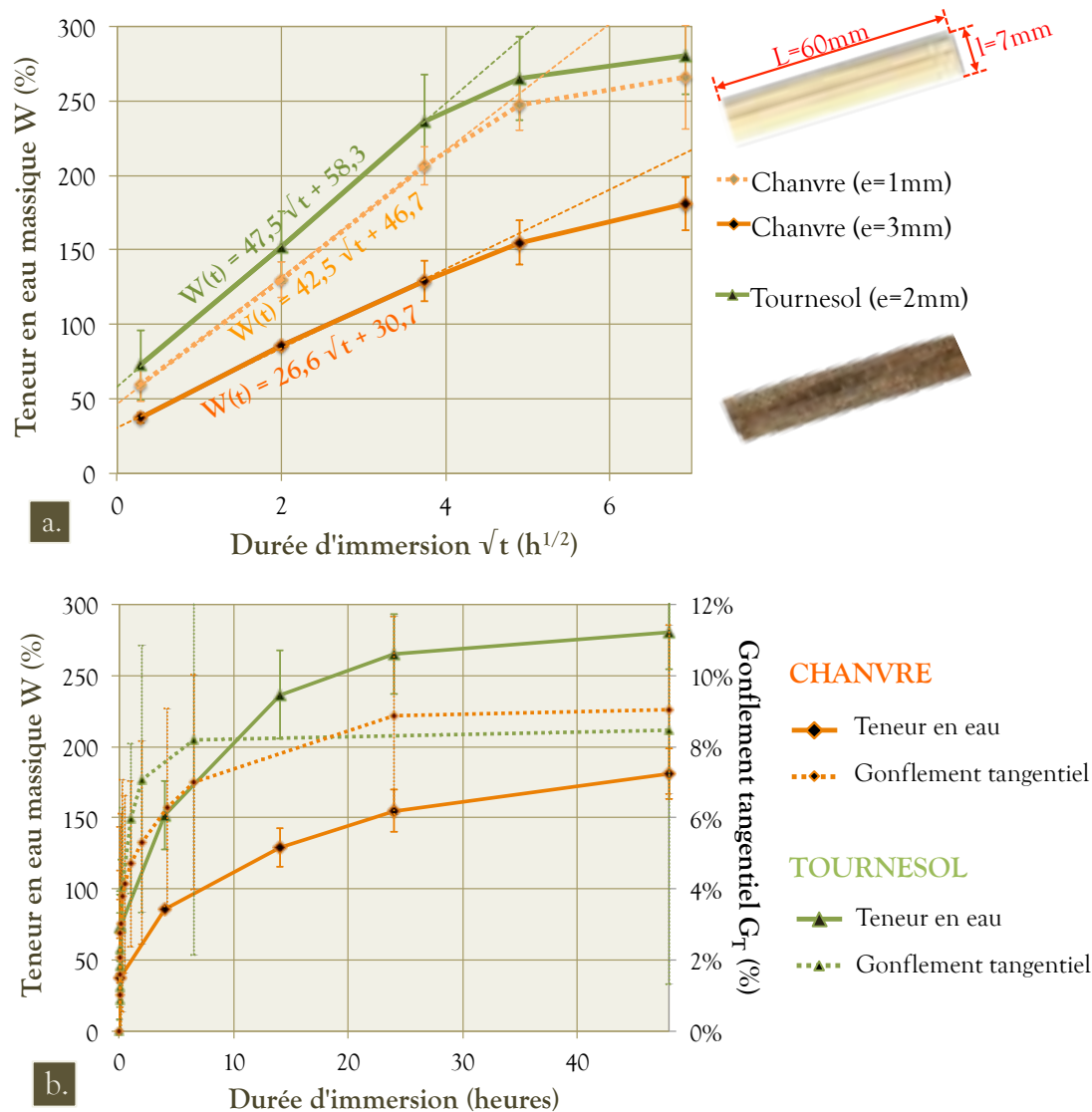


Figure II. 34. Courbe d'adsorption/absorption en eau par immersion de plaquettes ($60 \times 7 \times (1-3)\text{mm}^3$) de chanvre et de tournesol en fonction de la racine du temps (a). Comparaison entre l'adsorption/absorption en eau massique et le gonflement tangentiel lors de l'immersion (b).

II.2.6.b. Adsorption/absorption de granulats divisés

Les courbes d'immersion sous eau des granulats divisés de chanvre et de tournesol (cf. Figure II. 35a) sont d'allure similaire aux précédents travaux réalisés sur la chènevotte [CER 05, NGU 09-1, ARN 12]. Comme pour les plaquettes, une première phase adsorptive et une seconde phase d'absorption interne sont observables.

²⁶ FSP : Fiber Saturation Point / Point de saturation des fibres

La phase de mouillage peut être considérée comme achevée après 1 minute (cf. §II.2.5.b). L'adsorption initiale W_0 sera donc définie pour cette durée d'immersion. Sur cette valeur, une différence importante est visible entre le granulat de chènevette ($W_0=214,1\%$) et de tournesol ($W_0=362,3\%$). Elle peut être attribuée, comme dans le paragraphe précédent, à la grande rugosité de la face interne des particules de tournesol. Néanmoins, un facteur supplémentaire rentre en jeu. Les granulats divisés de chanvre et de tournesol, dont les granulométries ont été décrites dans le §0 possèdent des surfaces spécifiques respectives estimées à 195 et 226 $\text{cm}^2.\text{g}^{-1}$. Cette plus grande surface spécifique du granulat de tournesol engendre également une adsorption initiale accentuée. Ce résultat est clairement visible lorsque l'on compare l'adsorption initiale de ce granulat ($W_0=362,3\%$) à un second granulat de tournesol de surface spécifique moindre ($S_{\text{SPE}}=157\text{cm}^2.\text{g}^{-1}$). W_0 chute alors de 40% s'établissant à 216% en raison d'une surface spécifique 30% plus faible.

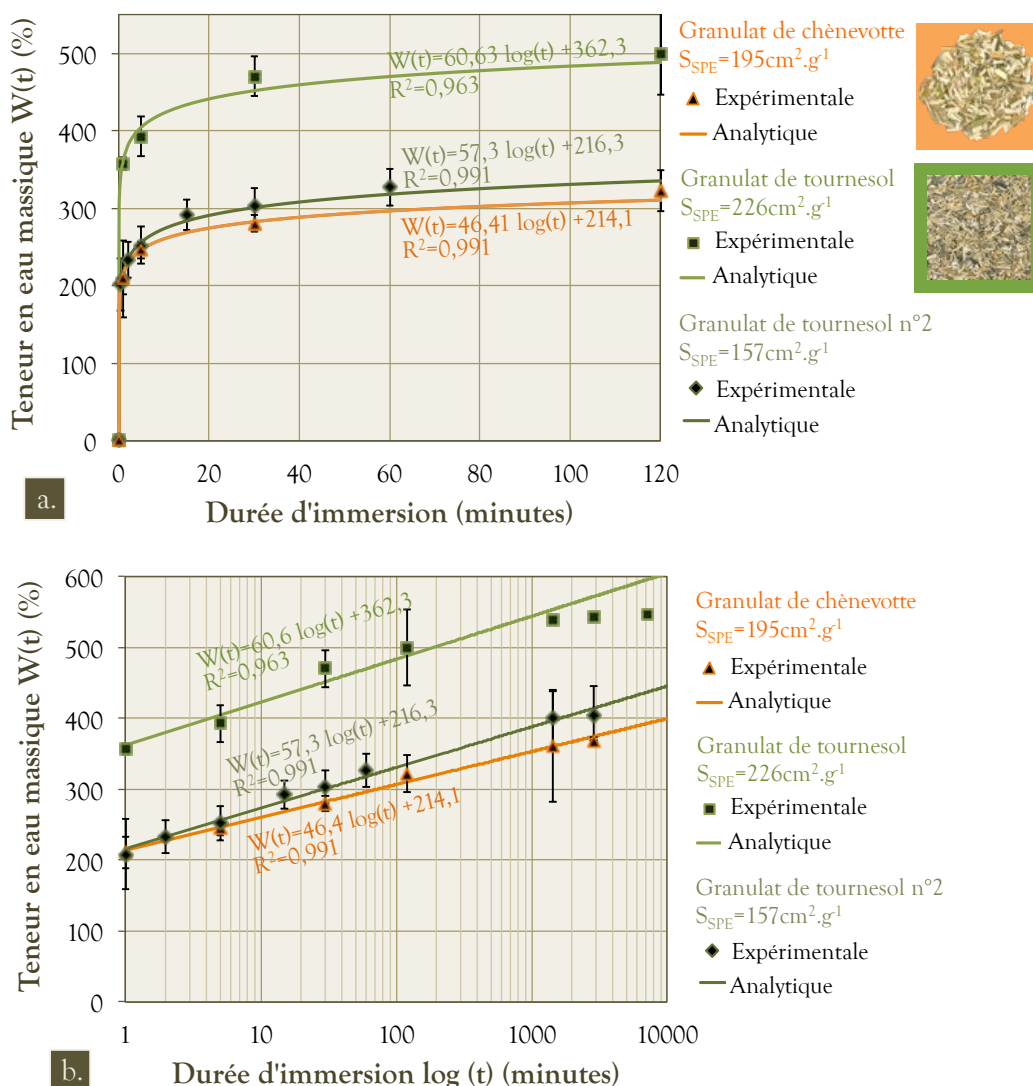


Figure II. 35. Courbes d'adsorption/absorption en eau par immersion des granulats de chanvre et de tournesol en échelle de temps classique (a) et logarithmique (b)

Il est visible sur la Figure II. 35b que l'absorption d'eau intra-granulaire suit une loi de type logarithmique. Ce comportement est dû à la granulométrie des granulates dont on a vu qu'elle suivait une répartition également logarithmique (cf. §0). Lors de cette phase absorptive, les granulates vont être saturés un à un du plus fin au plus grossier. On définit donc la relation suivante, valable jusqu'à saturation des granulates :

$$W(t) = C_A \cdot \log(t) + W_0 \quad \text{Eq. II. 18.}$$

- ✂ W_0 : Adsorption initiale d'eau en surface des granulates;
- ✂ C_A : Coefficient d'absorption en eau des granulates.

Les lois d'absorption analytiques régissant le comportement des granulates rapportent un coefficient d'absorption 30% plus grand pour le tournesol ($C_A = 60,6$) que pour la chènevotte ($C_A = 46,4$). Il convient de noter que, contrairement à l'adsorption de surface, la surface spécifique a un impact limité sur l'absorption. Le granulat de tournesol n°2, présentant une surface spécifique 30% plus faible, possède ainsi une cinétique d'absorption diminuée de 5% seulement ($C_A = 57,3$).

II.3. SYNTHÈSE DES CARACTÉRISTIQUES DES GRANULATS

Les caractéristiques des deux granulates de tiges lignocellulosiques, dont l'étude est effectuée dans ce chapitre, peuvent être classifiées en deux catégories :

- ✂ **Caractéristiques intrinsèques** : il s'agit des propriétés propres à la ressource lignocellulosique comme sa structuration interne, sa composition chimique, sa masse volumique réelle ou son gonflement;
- ✂ **Caractéristiques du granulat** : elles nécessitent l'étude du granulat et dépendent donc en grande partie de la transformation de la tige lignocellulosique.

Le chanvre et le tournesol appartiennent tous les deux à la famille des dicotylédones, au même titre que les arbres. En tant que plantes annuelles, elles sont dépourvues de tissus secondaires ligneux fortement présents dans le bois des arbres. Leurs compositions chimiques sont de fait très proches, le tournesol étant légèrement plus lignifié et riche en hémicelluloses. Leur microstructure fonctionnelle, organisée autour des faisceaux cribro-vasculaires, est orientée longitudinalement. De façon générale, des vaisseaux d'un diamètre d'environ 50µm et de plusieurs centaines de micron de longueur desservent des cellules plus courtes, aux extrémités fermées, d'un diamètre de 20µm. Seule la présence de zone de cellules parenchymales entre les faisceaux cribro-vasculaires de la tige de tournesol génère une structure crénelée que ne présente pas la tige de chanvre. Du point de vue de la mouillabilité par l'eau, les deux ressources présentent un épiderme plus hydrophobe que la face interne qui est elle facilement mouillable et absorbante. Notons qu'en présence d'eau, elles subissent un gonflement tangentiel qui se stabilise aux alentours de 9%.

Globalement, les caractéristiques des granulats après transformation (cf. Tableau II. 15) sont similaires. La différence majeure est en fait la présence d'un volume important de moelle cellulosique, constituée de porosités occluses pour 99% de son volume, dans le granulat de tournesol. Cela permet d'expliquer une masse volumique en vrac et une conductivité thermique plus faibles d'environ 15%. La présence de moelle explique en partie une absorption en eau 50% plus forte. Sur ce point, il ne s'agit pas du seul facteur influent. La granulométrie plus fine du granulat de tournesol, dont le diamètre équivalent \varnothing_{EQ} et la surface spécifique estimée S_{SPE-G} sont respectivement 25% plus petit et 16% plus grande, induit une adsorption initiale 70% plus importante. Cette augmentation de l'adsorption s'explique également par la surface très hétérogène de la face intérieure des plaquettes de tournesol.

Au vu de ces résultats, il semblerait que l'utilisation du granulat de tournesol pour la confection d'agrobétons puisse s'effectuer de la même manière qu'avec la chènevotte. Les chapitre VI et VII de la partie expérimentale s'appuieront sur ce postulat en se basant sur des formulations de béton identiques pour les deux granulats. Une attention particulière sera toutefois apportée quant à l'accroissement de la demande en eau.

Tableau II. 15. Récapitulatif des caractéristiques macroscopiques des granulats de tournesol et de chènevotte de l'étude

Granulat	ρ_{A0-G} %kg.m ⁻³	λ_{T0} W.m ⁻¹ .K ⁻¹	\varnothing_{EQ} moyen mm	Elongation moyenne	S_{SPE-G} cm ² .g ⁻¹	W_0 %	W_{SAT} %
Chènevotte	114,2 ± 2*	0,057 ± 0,006	4,2 ± 3,7	3,7 ± 6,4	195	214	369 ± 29
Tournesol	97,2 ± 1	0,052 ± 0,002	3,1 ± 2,6	4,6 ± 6,5	226	362	542,4 ± 4,5

* Intervalle de confiance 2 σ (95%)

III. BILAN DU CHAPITRE IV

Le présent chapitre a permis de présenter les étapes de sélection et de caractérisation des matières premières minérales et végétales qui seront utilisées dans la Partie III de ce document. Dans un premier temps, le partenariat réalisé avec l'école VetAgroSup a permis d'identifier la **tige de tournesol** comme ressource lignocellulosique potentielle [PRI 10]. Cette plante est en effet disponible en larges quantités sur la région Auvergne (>25000ha) et sa tige n'est utilisée pour le moment que pour l'amendement du sol. L'analyse des propriétés et de la microstructure de cette ressource en comparaison de la chènevotte a ensuite permis de déceler de **nombreuses similitudes avec la chènevotte** [NOZ 12]. Tout d'abord, la structuration de chacun des granulats s'est avérée proche macroscopiquement avec de nombreuses plaquettes parallélépipédiques d'élancement 3 à 5. La différence majeure de ce point de vue est la présence dans le granulat de tige de tournesol d'une quantité importante de moelle cellulosique extrêmement poreuse et

alvéolée. A l'échelle microscopique, les structures fonctionnelles des tiges de chanvre et de tournesol présentent une architecture similaire et les dimensions caractéristiques des végétaux lignocellulosique. Logiquement, la gamme de porosités s'avère très proche à l'exception de la moelle cellulosique qui conduit à une masse volumique en vrac du granulat de tournesol (97kg.m^{-3}) plus faible que celle de la chènevotte (114kg.m^{-3}). La conductivité thermique du granulat de tournesol s'en trouve donc réduite ($0,052$ contre $0,057\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Un des points fondamentaux de la comparaison concerne le comportement face à l'eau des granulats qui joue un rôle important lors de la mise en œuvre des agrobétons. La capacité d'adsorption/absorption du granulat de tournesol étudié ($W_{\text{SAT}}=542\%$) s'avère plus importante que celle de la chènevotte ($W_{\text{SAT}}=369\%$). Cela peut s'expliquer par la présence des sphères de moelle cellulosique d'une porosité de 98% mais aussi par une plus grande finesse du granulat, dont le rôle sur l'adsorption d'eau de surface est démontré dans ce travail. Toutes ces similitudes, auxquelles il faut ajouter la composition chimique, ont permis de choisir **d'utiliser le granulat de tournesol de manière identique à la chènevotte lors de l'élaboration d'agrobétons.**

Pour la sélection des volcanites destinées à l'élaboration du liant, un partenariat a été mené avec le laboratoire Magma et Volcans (LMV). Trois ressources ont ainsi été sélectionnées dans un premier temps : deux sables de ponces issus de carrières et un filler de pouzzolane rouge industriel. La conduite de deux projets étudiants a permis de sélectionner l'une d'entre elles : le sable ponceux trachytique du Cheix. Sous produit de carrière actuellement extraite sans usage particulier, cette ressource a également montré sa plus grande réactivité pouzzolanique due à une part importante de silice amorphe ($>50\%$). La seule transformation nécessaire à son utilisation est un broyage mécaniquement peu contraignant au vu de la friabilité du matériau. La surface spécifique BET ($7800\text{cm}^2/\text{g}$) et la masse volumique en vrac (1050kg.m^{-3}) du matériau broyé sont du même ordre de grandeur que celle des chaux hydrauliques. Afin de n'avoir à étudier que des réactions pouzzolanique et de carbonatation, il a été choisi de coupler la ponce du Cheix avec une chaux aérienne de type CL90 d'une finesse BET de $18100\text{cm}^2.\text{g}^{-1}$.

Les matériaux présentés ci-dessus seront utilisés tout au long de la Partie III en vue de l'élaboration d'agrobétons utilisant des ressources locales, comme définit dans l'axe 1 du travail présenté ici.

PARTIE 3 : COMPREHENSION ET AMELIORATION DE L'INTERFACE LIANT/PARTICULE

CHAPITRE V : ELABORATION D'UN LIANT POZZOLANIQUE BIO-
SOURCE

CHAPITRE VI : EFFETS DE PRETRAITEMENTS DES GRANULATS SUR
L'INTERFACE ET LES PROPRIETES DES AGROBETONS

CHAPITRE VII : EFFETS DE L'ADJUVANTATION DU LIANT SUR
L'INTERFACE ET LES PROPRIETES DES AGROBETONS

CHAPITRE V: ELABORATION D'UN LIANT POUZZOLANIQUE BIO- SOURCE

Ce chapitre est l'occasion de développer la phase d'élaboration du liant minéral ayant servi aux expérimentations concernant les bétons végétaux. Le rapport fait état des travaux qui ont conduit, au fil des expériences, à l'obtention d'un liant aux propriétés mécaniques et physiques équivalentes aux liants utilisés pour l'élaboration des bétons de chanvre.

I. UNE ALTERNATIVE A LA CHAUX ET AU CIMENT: LES LIANTS POUZZOLANIKES

L'élaboration des matériaux incorporant des particules végétales s'est concentrée jusqu'à présent sur deux types de liants, à savoir le ciment et les formulations à base de chaux. Ce chapitre est dédié à l'élaboration d'une formulation de base à partir des matières premières minérales décrites dans la Partie II. Mélange d'une chaux aérienne et d'un sable volcanique, il s'agit purement d'un **liant dit pouzzolanique**.

I.1. LES POUZZOLANES

Selon la norme ASTM-C-618 [AST 08], une **pouzzolane** se définit comme étant un matériau siliceux ou un matériau silicoalumineux qui ne possède par lui-même aucune ou à peu près aucune valeur liante mais qui, sous forme de poudre et en présence d'humidité, réagit chimiquement avec l'hydroxyde de calcium CaOH_2 solubilisé à des températures ordinaires pour former des composés avec des propriétés liantes. Cette réaction est dite « pouzzolanique ».

Dans la suite de ce document, tout matériau qui mélangé avec de la chaux et de l'eau engendre une réaction pouzzolanique pourra être désigné par le nom générique « pouzzolane ». Ce terme générique est issu de la ville italienne de Pouzzoles. Située au pied du Vésuve, on y trouve un sable volcanique qui fut utilisé par les romains pour confectionner des bétons résistants à l'eau (le fameux « béton romain »). Des édifices utilisant ces bétons sont toujours debout à l'heure actuelle, notamment le pont du Gard ou le Colisée à Rome, et témoignent de la durabilité de ce type de matériaux. L'architecte romain Vitruve a d'ailleurs été le premier à compiler des informations empiriques sur ces bétons et leur utilisation dans le bâtiment [VIT 00]. Les romains ne sont cependant pas les seuls à avoir utilisé des matériaux pouzzolaniques. Depuis plus de 2000 ans, les habitants de Bali utilisent un mélange de chaux corallienne et de cendres de leur volcan sacré, l'Agung, pour construire des murets [DEL 96].

L'activité industrielle humaine est génératrice d'un certain nombre de matériaux pouzzolaniques artificiels comme les laitiers d'aciéries ou encore les cendres volantes [DEL 03, PIC 94]. Le choix d'une démarche régionale pour le projet nous conduit à nous intéresser aux matériaux naturels et plus particulièrement à ceux d'origine volcanique présents en grande quantité dans le massif central. La diversité des mécanismes ayant conduit à la formation de ces pierres a produit des gisements de composition et de structure très variées [PIC 94, BES 78] qui constituent une ressource très importante qu'il convient d'étudier et d'analyser pour répondre correctement à des applications techniques.

I.2. LA REACTION POUZZOLANIQUE

La **réaction pouzzolanique** est largement connue des cimentiers comme une réaction secondaire de la prise cimentaire. Elle s'effectue dans ce cas entre la portlandite nouvellement formée pendant la prise hydraulique et les aluminosilicates présents dans le ciment. De nombreuses formulations de ciment incluent désormais des pouzzolanes industrielles telles que les laitiers de haut fourneau et les cendres volantes (Ciments de type III). Les matériaux pouzzolaniques doivent leurs propriétés liantes à leur teneur importante en matériaux acides [DRO 78]. La réaction de base peut être décrite de façon simpliste dans la Figure III. 1.

Dron [DRO 78] décrit l'activité pouzzolanique en suivant le modèle de Le Chatelier comme une « **attaque alcaline superficielle** » de minéraux silico-alumineux par une solution saturée en chaux suivie d'une recombinaison des ions résultants avec la chaux présente dans la solution. Les pouzzolanes sont constituées majoritairement de feldspaths (cf. Chapitre IV, I.1.3) qui appartiennent à la classe minéralogique des tectosilicates. Leur structure cristalline résulte d'un arrangement de tétraèdres $\text{Si}^{4+}(\text{O}^{2-})_4$ et $\text{Al}^{3+}(\text{O}^{2-})_4$ dont les atomes d'oxygène assurent les liaisons. Les étapes de la réaction pouzzolanique (cf. Figure III. 1) peuvent être décrites de manière simplifiée comme suit :

- ⌘ **Attaque** : Les tétraèdres $\text{Si}^{4+}(\text{O}^{2-})_4$ et $\text{Al}^{3+}(\text{O}^{2-})_4$ qui composent les verres amorphes du matériau pouzzolanique sont séparés et libèrent des ions $[\text{SiO}(\text{OH})_3]^-$ et $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$.
- ⌘ **Diffusion** : Sous l'effet de l'agitation thermique, il y a diffusion de ces ions jusqu'à la formation de foyers de cristallisation.
- ⌘ **Cristallisation des hydrates** : Les ions silicates et aluminates réagissent avec la chaux libre pour former des hydrates solides.

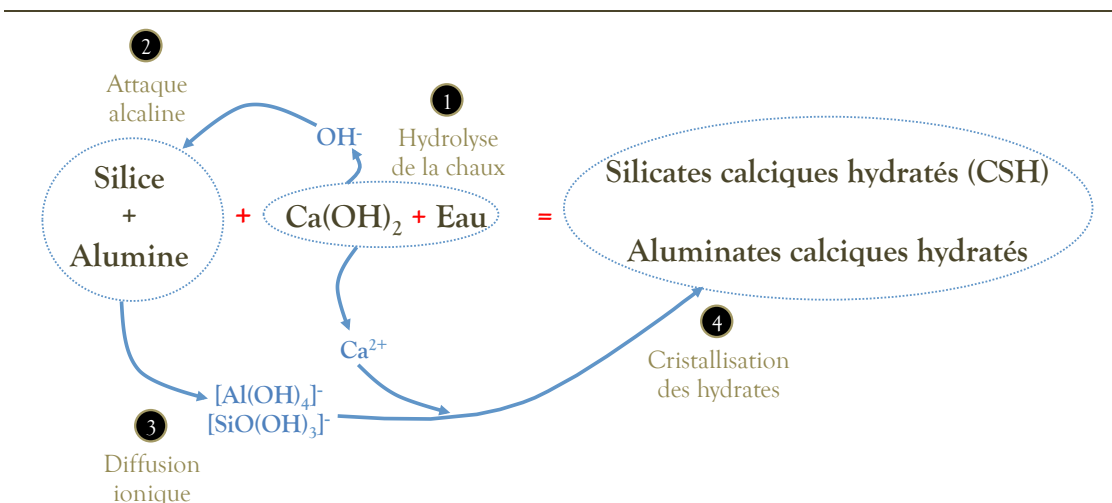


Figure III. 1. Mécanisme de base de la réaction pouzzolanique.

I.3. LE SYSTEME $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-CaO-H}_2\text{O}$ A TEMPERATURE AMBIANTE

Typiquement, les produits d'une réaction pouzzolanique qui s'effectue à température ambiante entre la chaux et les pouzzolanes vont être majoritairement des **Silicates de Calcium Hydratés (CSH²⁷)** ou des silico-aluminates de calcium hydratés. Plusieurs auteurs [MAS 74, DRO 74, SHI 00-2] ont décrit les phases néoformées lors de cette réaction, très proches de celles formées par les réactions d'hydratation des ciments Portland. Shi et Day [SHI 00-2] s'attardent sur les transformations chimiques principales successives qui conduisent à la formation de ces hydrates à une température de 23°C.

Lorsque de l'eau est ajoutée à un mélange pouzzolane-chaux, on assiste dans un premier temps à l'hydrolyse de la chaux selon la réaction:



Cette dissolution entraîne une augmentation rapide du pH de la solution qui s'établit autour de 12,5 à température ambiante. Sous l'attaque des ions OH^- , les alcalins modificateurs de réseau présents dans les grains de ponce (Ca^{2+} , K^+ , Na^+ , ...) subissent une dissolution également rapide. Les verres alumino-silicatés présentent des énergies de liaison supérieures à celles des alcalins et nécessitent une attaque plus longue des ions OH^- :

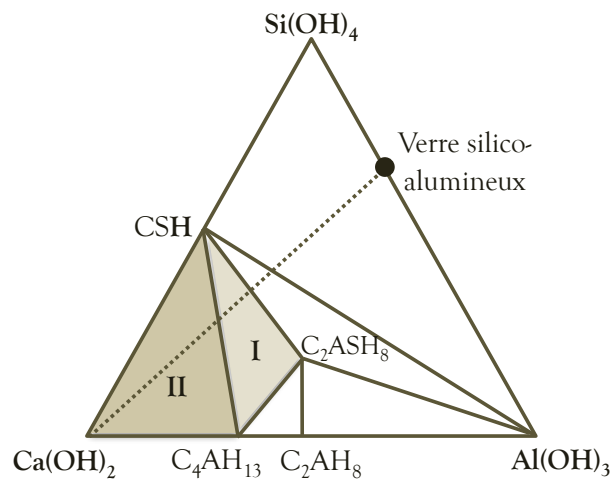
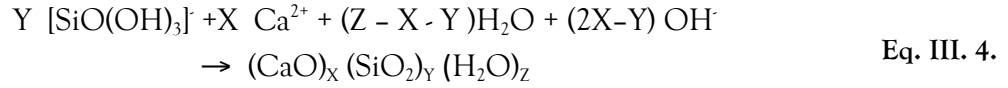


Figure III. 2. Diagramme d'hydratation du système Pouzzolanes - Chaux - Eau [DRO 78]

²⁷ Rappelons qu'en notations cimentières C équivaut à CaO , A à Al_2O_3 et S à SiO_2 .

Lorsque les ions Ca^{2+} présents en solution sont au contact de ces monosilicates ou monoaluminates, divers hydrates décrits dans le diagramme de phase ternaire $\text{Ca}(\text{OH})_2$ - $\text{Si}(\text{OH})_4$ - $\text{Al}(\text{OH})_3$ (cf. Figure III. 2) :

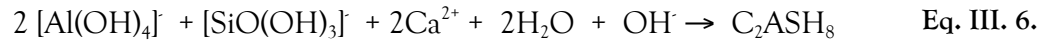
☒ **CSH**: Silicates de calcium hydratés retrouvés sous forme d'un gel à faible cristallinité. La formation des CSH. se fait suivant l'équation de base suivante :



☒ **C_4AH_{13}** : Aluminates Tetracalciques hydratés, présents sous forme cristallisée :



☒ **C_2ASH_8** : Gelhenite hydratée. Cette phase n'est formée que dans le domaine I du diagramme de phase ternaire, c'est à dire quand la chaux n'est pas en excès. La formation de la Gelhenite s'effectue suivant la relation suivante :



I.4. DISCUSSION

Les hydrates formés lors d'une réaction pouzzolanique présentent des compositions chimiques et une stœchiométrie proches de celles obtenues avec les ciments. La formation des hydrates pouzzolaniques s'effectue cependant de manière différente de celle mise en jeu dans les processus cimentaires. Le pH imposé dans le milieu interstitiel par les mécanismes dirigeant la réaction pouzzolanique est d'ailleurs équivalent à celui de la chaux aérienne, c'est à dire environ 12,5. La manière dont les végétaux vont interagir avec les processus mis en jeu dans ces liants est dès lors une piste d'étude intéressante.

II. INFLUENCE DE LA QUANTITE DE CHAUX

II.1. ELEMENTS DE BIBLIOGRAPHIE

D'après Vicat [VIC 1818], la quantité de chaux éteinte (ou grasse) qu'il faut mélanger à une pouzzolane dite pure doit être d'environ 18%. Depuis ce postulat, plusieurs travaux quantitatifs ont été menés. Une première étude [MIL 74] a été réalisée en faisant varier de 10 à 34% la proportion de chaux ajoutée à différentes pouzzolanes du Massif Central avec un taux constant de 8% en eau. Ils se sont aperçus que l'emploi d'un excédent de chaux dans les mélanges chaux-pouzzolane-eau ne conduisait pas forcément à une meilleure fixation de la chaux par les pouzzolanes (cf. Figure III. 3a.). Il semble qu'il y ait dans leurs mélanges un optimum situé entre 20 et 25% de chaux, les différentes pouzzolanes ayant néanmoins des comportements différents. Il est intéressant de noter qu'ils ont travaillé à granulométrie constante et pour des sables de calibre 0/3mm. Ils concluent qu'utiliser une granulométrie plus fine et un matériau à phase vitreuse plus importante améliore la fixation d'une quantité importante de chaux.

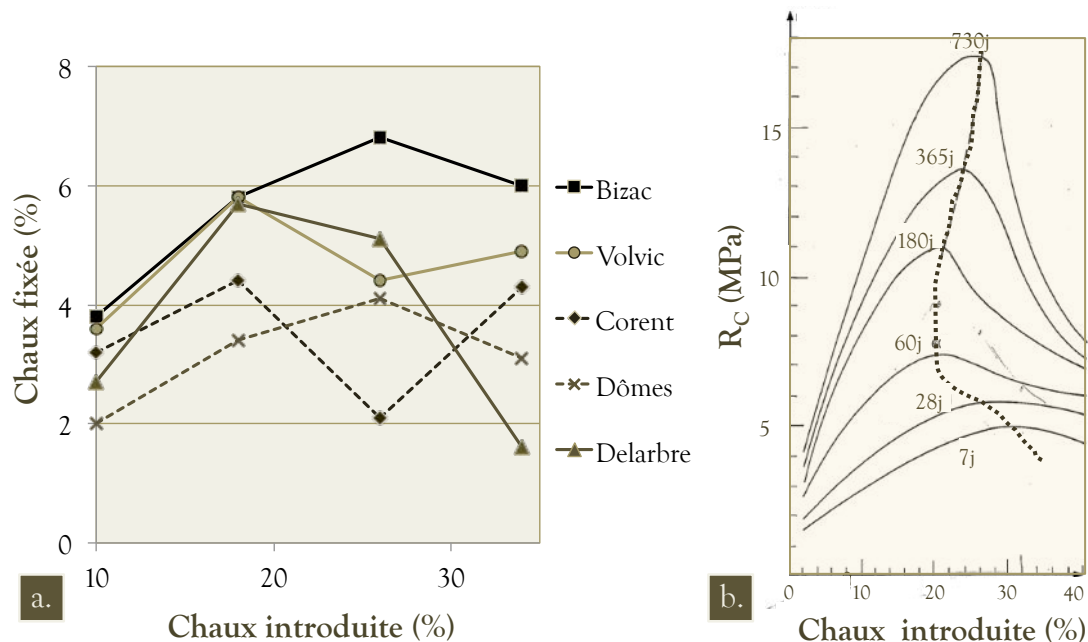


Figure III. 3. Evolution du taux de chaux fixée (= % de chaux introduite - % chaux libre - % chaux correspondant à la calcite) [MIL 74] (a) et de la résistance en compression au cours du temps [FOU 78] (b) en fonction du taux de chaux introduite dans des mélanges chaux-pouzzolanes

Lors de leur étude, Fournier et Geoffray [FOU 78] on fait varier la quantité de chaux ajoutée à un mélange chaux aérienne-pouzzolane naturelle de 2 à 40% (cf. Figure III. 3b.). Quelque soit la durée de conservation des éprouvettes, ils observent une résistance mécanique optimale des éprouvettes comprise entre 20 et 26%. Au jeune âge (7, 28 jours), les meilleures résistances mécaniques sont atteintes avec des pourcentages de

chaux plus importants. Ce pourcentage optimal diminue ensuite pour s'établir autour de 20% après 180 jours et augmenter jusqu'à 26% après 730 jours. On notera que la plage d'optimums est le même que celle mesurée par Millet [MIL 74].

II.2. VALIDATION EXPERIMENTALE

II.2.1. Evolution de la résistance en compression

Les campagnes expérimentales issues de la bibliographie permettent de cibler un rapport massique pouzzolane/chaux optimum de 80%/20% environ. Néanmoins, chaque source pouzzolane naturelle est différente et il est important de valider ce rapport. Ainsi, les résistances en compression à 7, 14, 28, 60 et 280 jours d'éprouvettes 4x4x4cm ont été mesurées pour des mélanges intégrant 5, 10, 20 et 30% massiques en chaux CL90. La ponce utilisée dans ce cas présente la **granulométrie du sable grossier** présenté au Chapitre IV, §I.1.2. Les éprouvettes sont conservées en conditions endogènes à 20°C jusqu'à la date des essais.

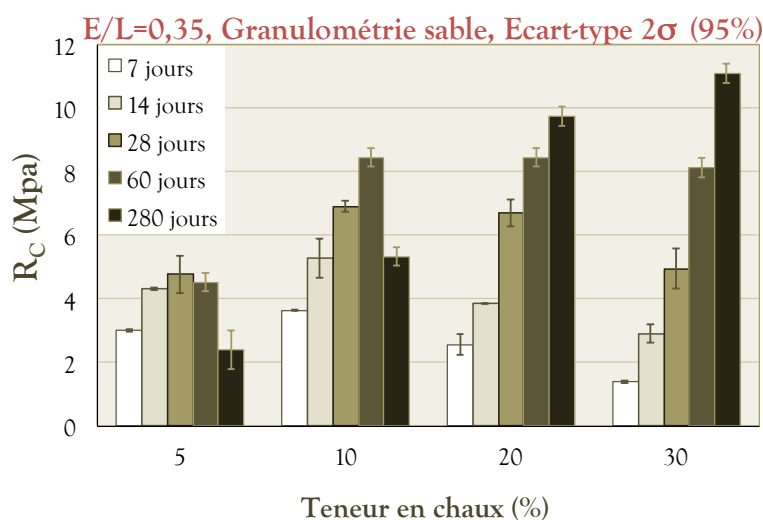


Figure III. 4. Evolution de la résistance en compression de 7 à 280 jours d'éprouvettes mélangeant du sable ponceux du Cheix et 5, 10, 20 ou 30% massique de chaux CL90.

Les résultats montrent que des teneurs en chaux de 5, 10 et 20% conduisent à des résistances en compression à 7 et 14 jours relativement proches. Après 28 et 60 jours de cure, des teneurs de 10 et 20% en chaux permettent d'atteindre des valeurs de 7 à 8 MPa. Une teneur en chaux de 30% permet de rattraper à partir de 60 jours les résistances atteintes par des teneurs de 10 et 20%.

Concernant la stabilité des hydrates formés pendant la réaction pouzzolanique, il semble qu'ils dépendent de la quantité de chaux. Ainsi pour des teneurs en chaux de 5 et 10%, des baisses de R_c sont observées respectivement entre 28 et 280 jours et entre 60 et 280 jours. Il pourrait s'agir d'un phénomène de recarbonatation des hydrates induisant des propriétés mécaniques moindres.

II.2.2. Modèles de maturation des liants pouzzolaniques

Plusieurs expressions analytiques permettant de prévoir le comportement à long terme des mortiers ou pâtes pouzzolaniques ont été utilisées. Globalement, la résistance des pâtes suit une évolution logarithmique. Contrairement aux ciments Portland qui a atteint la majorité de ces propriétés à 28 jours, la formation des hydrates lors d'une réaction pouzzolanique s'étale sur une échelle de temps plus importante. Shi et Day [SHI 01] décrivent l'évolution de la résistance en compression à une isotherme comme une fonction linéaire hyperbolique. C'est cette expression analytique qui est recommandée par Carino et al. [CAR 01] dans leur méthode de maturité du béton jusqu'à 28 jours. Elle est cependant limitée dès lors que les temps de maturation sont plus importants. Knudsen et al. [KNU 84] proposent une modification de l'expression linéaire hyperbolique en modèle parabolique hyperbolique permettant de diminuer l'écart aux valeurs expérimentales à long terme. Selon les auteurs, ce modèle s'adapte mieux aux processus de diffusion selon les lois de Fick ayant cours lors de l'hydratation d'une particule de ciment. Freisleben Hansen et Pedersen [FRE 85] proposent un modèle exponentiel qui s'adapte correctement aux résultats au jeune âge et après de plus longues périodes. Les différentes expressions relatives à ces modèles sont détaillées dans le Tableau III. 1.

Tableau III. 1. Modèles analytiques isothermes décrivant la maturation des ciments et bétons.

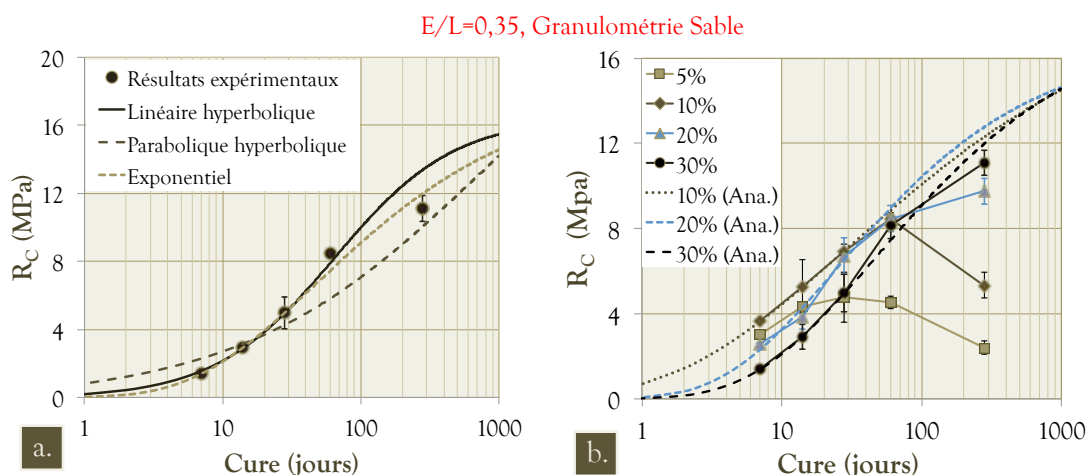
Type de modèle	Expression	Paramètres*	Source
Linéaire hyperbolique	$R_C = R_{C\infty} \frac{K_1(t-t_0)}{1+K_1(t-t_0)}$	$R_{C\infty}$: Résistance à $t \rightarrow \infty$ t_0 : Temps de début de prise K_1 : Constante [1/jour]	[SHI 01, CAR 01]
Parabolique hyperbolique	$R_C = R_{C\infty} \frac{\sqrt{K_2(t-t_0)}}{1+\sqrt{K_2(t-t_0)}}$	K_2 : Constante [1/jour]	[KNU 01]
Exponentiel	$R_C = R_{C\infty} e^{-\left(\frac{\tau}{t}\right)^\alpha}$	τ : Constante de temps, $\tau=0,37 R_{C\infty}$ α : Constante d'inclinaison de la pente	[FRE 85]

*Obtenus par la méthode des moindres carrés appliquée aux données temps/résistances mécaniques

Ces trois modèles ont été appliqués en parallèle aux résistances en compression à 7, 14 et 28 jours du mélange contenant 30% de chaux en masse. Les paramètres de chacun des modèles ont été optimisés grâce à une méthode des moindres carrés. Les courbes analytiques ainsi obtenues sont comparées aux résultats expérimentaux en Figure III. 5a. Cette comparaison laisse apparaître très rapidement les limitations du modèle parabolique hyperbolique à prédire le degré d'avancement de la réaction pouzzolanique, et ce même pour les points dont les résultats sont utilisés pour calculer les paramètres. Concernant les modèles linéaires hyperboliques et exponentiels, ils s'adaptent

parfaitement aux données fournies. Pour ce qui est de la prédiction des valeurs à 60 et 280 jours, le **modèle exponentiel semble est plus adapté** et a donc été retenu pour la suite de l'étude.

Lorsque ce modèle est appliqué de façon plus générale, il continue à être bien adapté pour décrire les mélanges incluant 10 et 20% de chaux jusqu'à 60 jours. Pour des durées plus longues, les mesures sont surestimées en raison d'une quantité de chaux limitée et/ou du phénomène de recarbonatation des hydrates.



II.3. QUELLE QUANTITE DE CHAUX UTILISER ?

Selon les résultats de la bibliographie, la teneur massique optimale en chaux aérienne semble se situer entre 18 et 25% en ajout à des pouzzolanes, peu importe la durée de cure. Concernant l'étude expérimentale menée avec la ponce du Cheix, une proportion en chaux de 20% idéale car elle permet d'assurer des performances croissantes jusqu'à 280 jours de cure tout en assurant une prise à court terme correcte. Cette partie expérimentale, issue d'un travail collaboratif mené avec Kamel Saïdi, étudiant architecte, et Gérard Torrent, enseignant à l'UBP, nous permet donc de valider l'utilisation d'un rapport massique 80%/20% entre la ponce du Cheix et la chaux.

III. ACTIVATION DE LA REACTION POZZOLANIQUE

Que ce soit lors de l'élaboration d'un liant pouzzolanique ou lors de la mesure de la pouzzolanité, plusieurs facteurs vont influencer la réaction pouzzolanique et par conséquent aussi bien les phases formées que la microstructure ou les résistances mécaniques. Il est donc important d'avoir un aperçu de chacun de ces mécanismes d'activation et de leurs effets. Deux chercheurs canadiens, Shi et Day, ont consacré plusieurs travaux à l'observation des mécanismes d'activation de la réaction pouzzolanique et de leur influence sur les cinétiques de réaction [SHI 95, SHI 00-1, SHI 00-2, SHI 01]. Il ressort de ces études trois méthodes d'activation de la réaction: mécanique, chimique et thermique.

III.1.1. Eléments de bibliographie

III.1.1.a. Impact de l'activation chimique des liants pouzzolaniques

Dans une première étude sur le thème [SHI 95], Shi et Day s'intéressent à l'influence de trois ajouts sur les résistances mécaniques de mélanges cendres volantes artificielles (80%) - chaux calcique éteinte (20%) : Na_2SO_4 , $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et NaCl . Nous ne nous intéressons ici qu'à la cendre volante de type « Low Calcium Fly Ash » (LFA) qui a une composition proche de la ponce du Cheix (cf. Figure III. 6.c.).

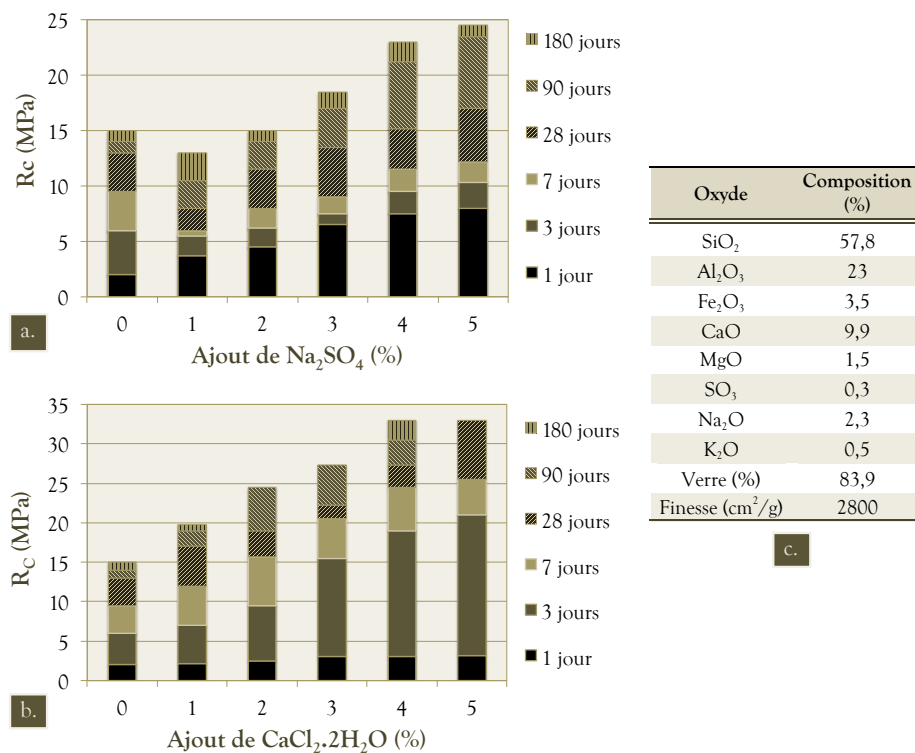


Figure III. 6. Influence de l'ajout de Na_2SO_4 (a) ou de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (b) sur l'évolution au cours du temps de la résistance à la compression de mélanges de cendres volantes (80%) et de chaux éteinte (20%) [SHI 95].

L'ajout de Na_2SO_4 permet un gain non négligeable de la prise à court terme puisque des ajouts de 4-5% permettent de passer d'une résistance en compression de 2 MPa environ à 7,5 MPa au bout d'une journée. En revanche, l'amélioration de la résistance à la compression à long terme n'est significative qu'à partir d'un ajout de 3%. Des ajouts de 4-5% permettent un gain de l'ordre de 40%.

Dans le cas du $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, l'augmentation de la résistance à la compression à 1 jour n'est pas significative. Elle l'est en revanche très largement dès 3 jours puisque l'on passe de 6 MPa à 20 MPa environ pour des ajouts de 4-5%. A long terme, l'ajout de 4-5% de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ permet un gain supérieur à 50% des propriétés mécaniques.

III.1.1.b. Cinétique et réactions chimiques

Il est observable que les deux ajouts ont un comportement bien différent au sein de la matrice. Dans une publication plus récente où il confirme les premiers résultats observés [SHI 00-1] avec des cendres volcaniques naturelles, le groupe de recherche Canadien tente d'expliquer les mécanismes d'action de ces adjuvants.

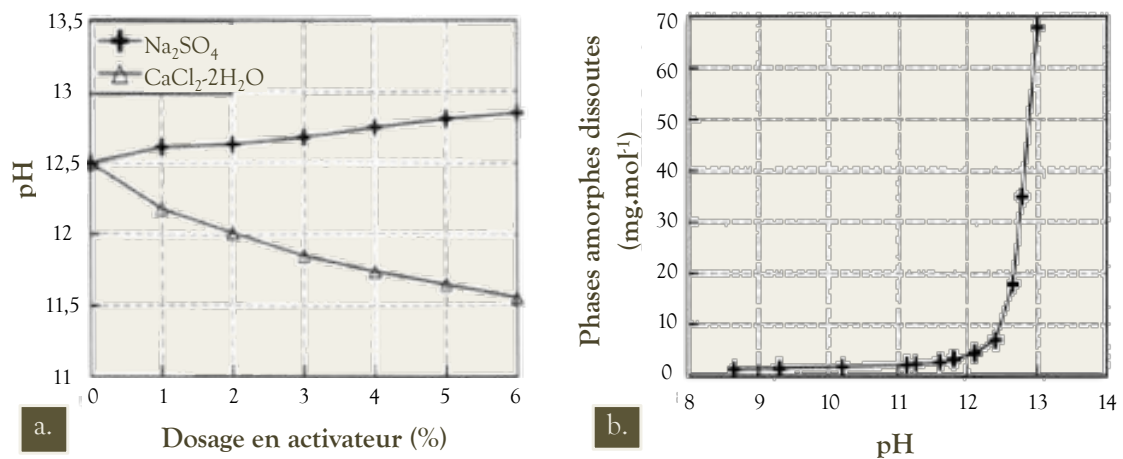
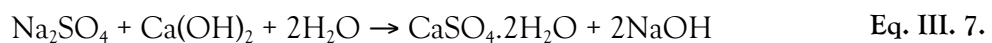


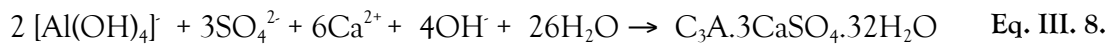
Figure III. 7. Effet de l'ajout d'activateurs chimiques de réaction sur le pH de la solution à l'ambiante (a.) et influence du pH sur la cinétique de dissolution de la silice à l'ambiante (b.) [SHI 00-2]

Le paramètre qui semble essentiel est la **modification du pH de la solution**. En effet, la vitesse de dissolution de la silice est nettement augmentée lorsque l'on passe d'un pH de 12 à 13 (cf. Figure III. 7a.). Or à température ambiante, l'ajout de Na_2SO_4 engendre une basification du milieu qui accélère les processus d'attaque des liaisons Si-O-Si et Si-O-Al (cf. Eq. III. 2. et Eq. III. 3.) [PUR 08]. Les phases amorphes réactives sont donc plus rapidement dissoutes (cf. Figure III. 7b.). Cette **basification** de la solution est déclenchée par la réaction entre Na_2SO_4 et $\text{Ca}(\text{OH})_2$ aboutissant à la formation de gypse et d'**hydroxyde de sodium**:



Dans le cas où du gypse CaSO_4 est présent dans les mélanges chaux-pouzzolane, le système d'hydratation est modifié (cf. Figure III. 8). De nouveaux composés vont dès lors être préférentiellement formés au dépend des aluminates tétracalciques hydratés C_4AH_{13} et de la gelhenite C_2ASH_8 (cf. §I.3). Les deux principaux sont :

✂ **$\text{C}_3\text{A} \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$: l'ettringite (AFt)**: ce composé dont le volume est 164% plus important que celui de ses réactants combinés explique donc, au même titre que l'augmentation du pH, la rigidification à court terme des mélanges incorporant du Na_2SO_4 [SHI 00-2, PIR 08]. La réaction chimique ayant cours lors de sa formation est la suivante :



$\text{C}_3\text{A} \cdot \text{CaSO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$: le **monosulfoaluminate (AFm)**. Ce composé peut apparaître de façon spontanée mais à des températures supérieures à l'ambiante [SHI 00-2]. Il ne se formera à température ambiante qu'au dépend de l'ettringite dans le cas où tout le sulfate de calcium ajouté initialement est consommé [GIE 04]. Cette réaction engendre une diminution de volume de 7% qui peut engendrer une chute des propriétés mécaniques :

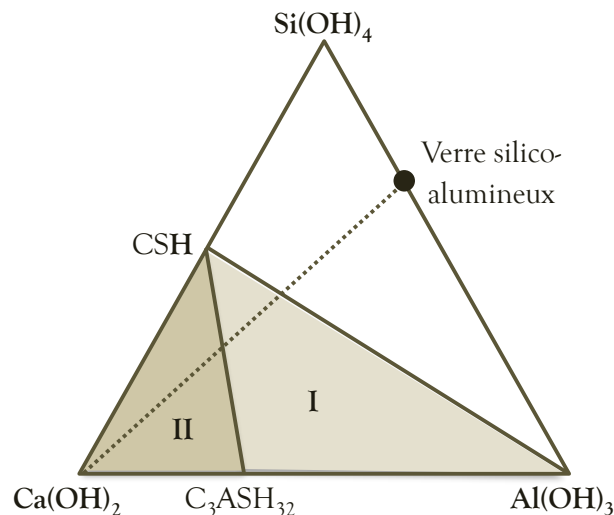
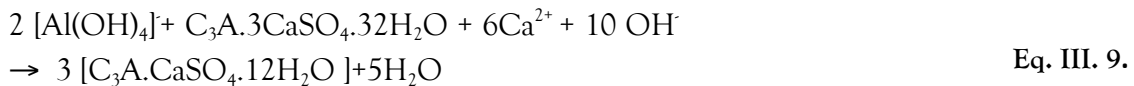


Figure III. 8. Diagramme d'hydratation du système Chaux - Pouzzolane - Eau en présence de Gypse CaSO_4 [DRO 78]

Au contraire, l'ajout de $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ engendre une augmentation de la vitesse de consommation de la chaux éteinte qui conduit à une acidification de la solution (cf. Figure III. 7b.) et donc à une diminution de la consommation des aluminosilicates. Selon

Shi et al. [SHI 00-2] et Giergiczny et al. [GIE 04], le système forme préférentiellement du chloroaluminate de calcium hydraté en plus des CSH:

✂ Chloroaluminate de calcium hydraté :



III.1.2. Validation expérimentale

III.1.2.a. Formulation des mélanges

Les campagnes expérimentales présentées ci-dessus ont permis de faire un choix quant à la quantité d'activateurs à ajouter. Afin de valider leur effet sur notre mélange, des ajouts de 4% en Na_2SO_4 et 4% en $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ont été testés en compression à 7, 14 et 28 jours sur des éprouvettes 4x4x4cm. **A partir de ce point, seule la ponce broyée** décrite au Chapitre IV:I.1. a été **utilisée**. N'étant plus en présence d'un mortier mais d'une pâte, la quantité d'eau à ajouter aux mélanges a été déterminée grâce au test de **résistance au plongeur** défini par la norme EN196-3. Pour les trois mélanges, un rapport massique **E/L de 0,4** s'est avéré répondre à la norme.

III.1.2.b. Résistances mécaniques des pâtes

Une synthèse des résultats obtenus à 7 et 28 jours est effectuée dans le Tableau III. 2. Seule l'adjuvantation au Na_2SO_4 permet une amélioration des propriétés en multipliant respectivement 3 et 2 la résistance en compression à 7 et 28 jours. Il en est de même pour le module d'Young.

Tableau III. 2. Synthèse des résistances mécaniques et module d'Young de pâtes de liant avec ou sans activateurs à 7 et 28j.

Mélange	R_{C7j} [MPa]	E_{7j} [GPa]	R_{C28j} [MPa]	E_{28j} [GPa]
Sans activateur	2,25 ±0,6*	0,52 ±0,09	6,88 ±0,23*	0,96 ±0,23*
4% Na_2SO_4	7,46 ±0,47	1,31 ±0,16	13,8 ±0,73	1,83 ±0,11
4% $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1,57 ±0,22	0,28 ±0,04	7,21 ±2,04	0,84 ±0,17

*Intervalle de confiance 2σ (95%)

Comme on peut le voir sur les courbes analytiques déterminées à partir du modèle exponentiel de maturation (cf. Figure III. 9a), l'utilisation de Na_2SO_4 comme adjuvant permet également une accélération sensible de la prise à court terme. Le matériau atteint ainsi une résistance de 1MPa suffisante pour être démoulé après 24 heures. Les courbes de maturation soulignent également l'impact modéré du $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ qui n'améliore que légèrement les résistances à long terme.

Le comportement des éprouvettes en compression à 28 jours (cf. Figure III. 9b) est très ductile pour les éprouvettes de liant sans adjuvantation ou adjuvantées au

$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. La rupture est progressive avec notamment un palier de contrainte entre 1 et 2% de déformations. L'ajout de Na_2SO_4 rend en revanche le liant plus fragile même si la rupture est là encore progressive.

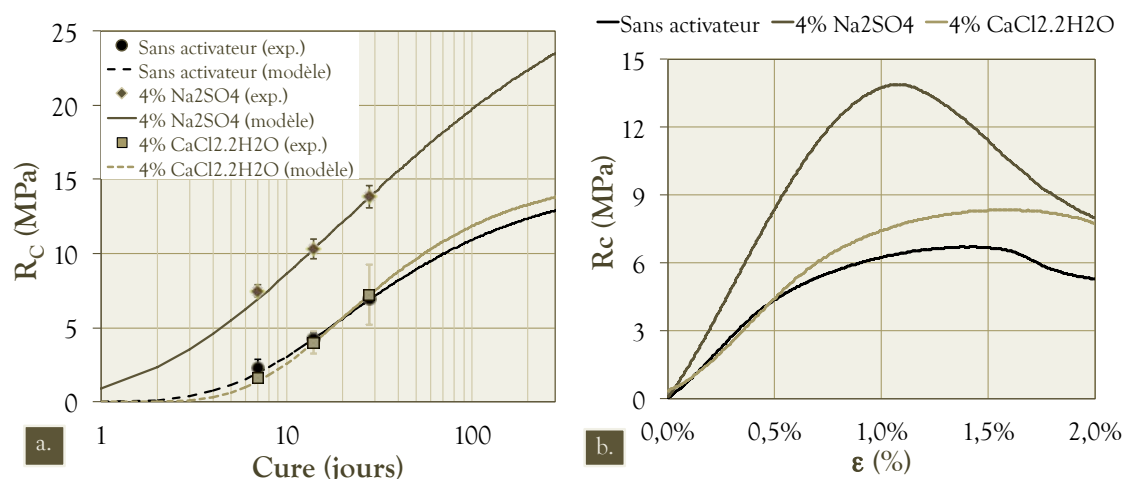


Figure III. 9. Evolution de la résistance en compression suivant le modèle exponentiel basé sur les résistances à 7, 14 et 28 jours (a). Comportement en compression des trois liants (b).

III.1.2.c. Analyse physico-chimique du liant de référence

L'analyse physico-chimique est ici uniquement présentée pour le liant activé avec 4% de Na_2SO_4 . Les spectres en DRX des pâtes (cf. Figure III. 10) présentent les pics caractéristiques de l'ettringite (cf. Annexe B.4.) mais également le pic représentatif de la création des CSH ($2\theta=29,5^\circ$, $d=3,03\text{\AA}$) couramment reportés dans la littérature [TAH 85, SHI 00-2, GIE 04]. Entre 28 et 60j, on observe un accroissement des pics de ces deux composés. En revanche, aucune formation de monosulfoaluminate AFm suite à une redissolution d'ettringite ou de CSH n'est visible. L'analyse ATG vient confirmer la présence de ces deux composés (cf. Figure III. 11). Un premier pic, partiellement confondu avec celui de l'évaporation de l'eau, est représentatif de la déshydroxylation des CSH riches en chaux est visible autour de 90°C . Un second pic centré à 130°C est lui caractéristique de la présence d'ettringite (cf. Annexe B.6.). Les aluminates de calcium (C_2AH_8 , C_4AH_{13}) sont en revanche absents, leur gamme de décomposition étant située entre 180 et 240°C .

Une nouvelle observation des spectres en DRX montre que les pics caractéristiques de la Portlandite sont très peu marqués. Ainsi, la chaux aurait été majoritairement consommée pour la création d'hydrates ou de carbonates. Une analyse de ce même liant en TG/DTG à 60 jours (cf. Figure III. 11) vient confirmer la présence limitée de ce composé dont la déshydroxylation se produit entre 350 et 450°C (cf. Annexe B.6.).

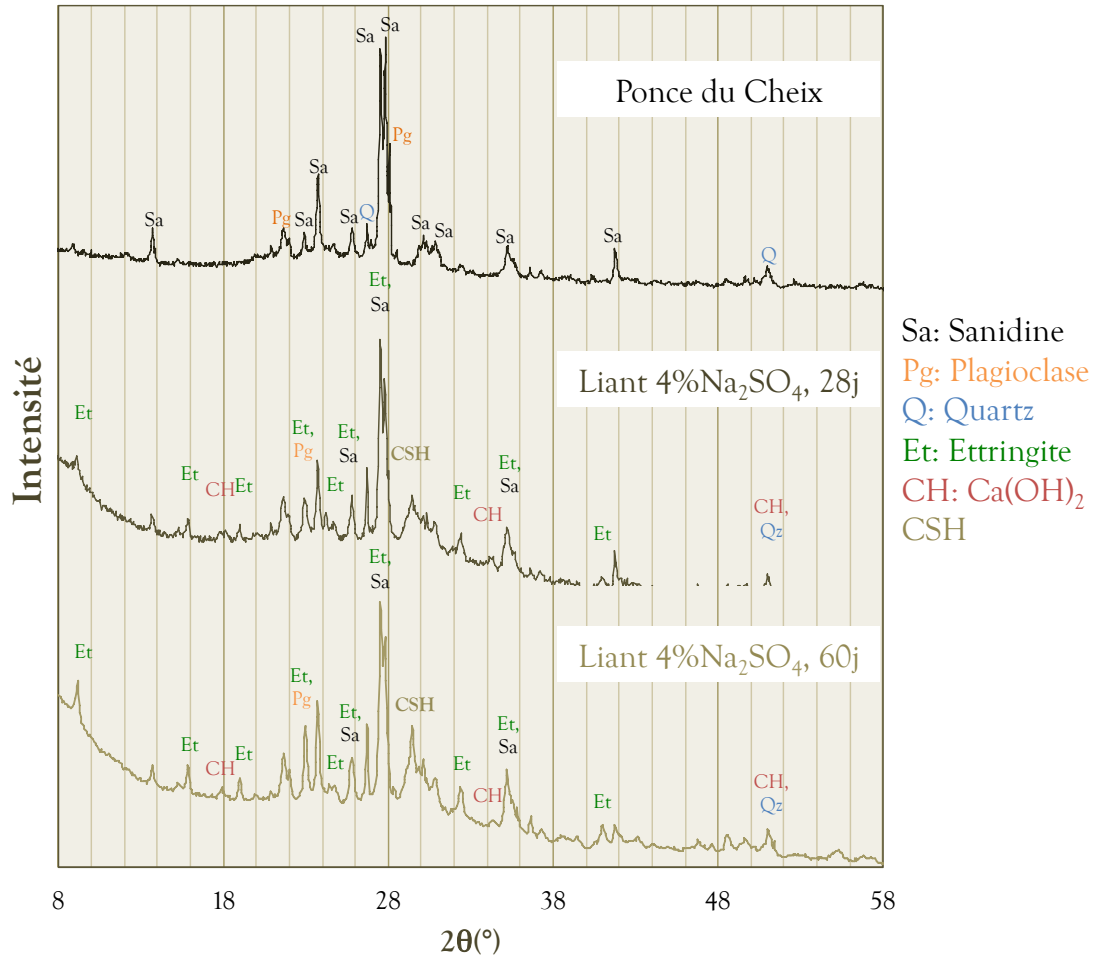


Figure III. 10. Analyse DRX de la ponce du Cheix et du liant de référence 80/20 contenant 4% de Na₂SO₄ après 28 et 60 jours de cure endogène.

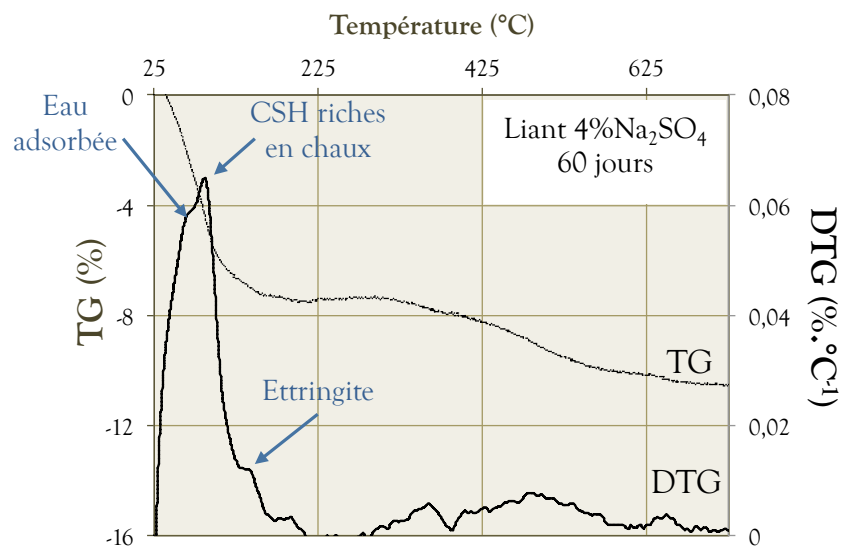


Figure III. 11. Courbes TG/DTG du liant de référence 80/20 contenant 4% de Na₂SO₄ après 60 jours de cure.

IV. BILAN DU CHAPITRE V

L'objectif de ce chapitre était d'élaborer un liant pouzzolanique utilisant le sous-produit d'une carrière (St Diéry, 63): la ponce du Cheix. Des expérimentations menées sur cette matière, couplées à une analyse spécifique de travaux précédents, permettent de tirer les conclusions qui vont suivre.

Le premier point concerne le type de chaux à utiliser. Plusieurs auteurs rapportent que la chaux aérienne s'avère très adaptée à une utilisation avec des pouzzolanes. Un tel mélange fait prise uniquement suivant des réactions pouzzolaniques ou de carbonatation. L'absence de réaction hydraulique couplée à la réaction pouzzolanique pourrait permettre de mieux appréhender les phénomènes de prise et l'impact du végétal. Une chaux aérienne a donc été choisie pour être utilisée en mélange avec la ponce.

Plusieurs travaux ont été conduits sur la quantité de chaux à introduire en mélange avec des pouzzolanes [VIC 1818, MIL 74, FOU 78]. Il soulignent un rapport massique optimum pouzzolane/chaux avoisinant 80%/20%. L'étude menée montre qu'une quantité de 20% de chaux aérienne s'avère le plus intéressant en terme de prise à court terme et à long terme avec la ponce du Cheix. Une telle quantité a permis d'atteindre en mélange avec un sable de ponce brut une résistance de 7MPa à 28jours.

Pour des raisons de réactivité mais aussi pour améliorer la répartition du liant sur les particules végétales dans l'optique d'élaborer des agrobétons, il a été choisi de broyer le sable de ponce. C'est donc sur un liant mélangeant 20% massiques de chaux aérienne et 80% de broyat de ponce qu'on a été réalisés des tests d'activation chimique. Le choix des activateurs Na_2SO_4 et $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans une proportion massique de 4% est basé sur les travaux de Shi et Day [SHI 95, SHI 00-1, SHI 00-2, SHI 01]. Les résultats concernant l'ajout de sulfate de sodium Na_2SO_4 , disponible naturellement ou comme sous-produit industriel, corroborent ces études. Cette activation permet une amélioration conséquente de la prise à court terme et une augmentation des résistances mécaniques à 28 jours de 100%.

Le coût d'une ressource comme le Na_2SO_4 étant limité à environ 150 euros la tonne (Adisseo, 03), il a été décidé de l'intégrer à la formulation du liant de référence qui sera utilisé en mélange avec des particules végétales. Ce **liant de référence** est donc composé de 80% massiques de ponce du Cheix broyée et 20% de chaux aérienne CL90 auxquels seront ajoutés 4% de Na_2SO_4 et 50% d'eau.

CHAPITRE VI: EFFET DE PRETRAITEMENTS DES GRANULATS SUR L'INTERFACE ET LES PROPRIETES DES AGROBETONS

Le travail de bibliographie effectué notamment dans le Chapitre II a permis de souligner l'intérêt de traiter les particules végétales préalablement à leur mélange avec un liant minéral. Sur la base de l'analyse réalisée, ce chapitre est consacré à l'étude de l'impact de traitements de recouvrement (Huile de lin) et de lessivage alcalin (solution de Ca(OH)_2) sur les granulats végétaux, l'adhésion matrice/particule et l'interphase matrice/particule à long terme. Des bétons incluant ces granulats traités sont également élaborés et reliés aux points précédents.

I. EFFET DES TRAITEMENTS ET REVETEMENTS SUR LES PROPRIETES DES GRANULATS

Si un seul objectif devait être fixé, il serait lié à l'analyse et à la compréhension de l'effet d'un traitement d'une particule végétale à la porosité complexe sur l'interface qu'elle forme avec un liant minéral. Deux traitements de nature différente (revêtement ou trempe alcaline) sont ici réalisés sans prétention d'optimisation mais de compréhension des phénomènes d'adhésion. La première étape de cette analyse débute dans ce paragraphe avec l'analyse multi-physique et la comparaison des granulats traités.

I.1. DESCRIPTION DES TRAITEMENTS

I.1.1. Trempe dans une solution saturée d'hydroxyde de calcium

Ce traitement a consisté à immerger pendant une durée de 2 heures des particules végétales préalablement séchées ($60\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ et $2,8\pm 0,5\%\text{HR}$), dans une solution saturée de chaux (40g.L^{-1}). Le rapport massique Eau/Granulat est fixé à 10. Afin d'assurer un lait de chaux homogène, la solution est agitée pendant toute la durée du traitement. Les granulats sont ensuite placés en conditions étuve ($60\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ et $2,8\pm 0,5\%\text{HR}$) jusqu'à stabilisation de la masse. Les impacts potentiels directs de ce traitement sur les granulats sont multiples et ont été largement détaillés dans le Chapitre II:

- ✂ Extraction de polysaccharides;
- ✂ Dépôt de surface;
- ✂ Capture d'ions Ca^{2+} dans la structure des pectines.

I.1.2. Revêtement à l'huile de lin

L'**huile de lin** utilisée pour cette étude est insaturée, brute et extraite à chaud. Sa composition est fournie en Annexe A.4. L'acide linoléique qu'elle contient possède la propriété de polymériser au contact de l'oxygène de l'air pour donner l'acide oxylinoléique [ABR 99]. Cette forte siccativité explique son emploi courant comme revêtement de surface pour imperméabiliser le bois. L'objectif est identique à celui affiché par Monreal et al. [MON 11], c'est à dire d'isoler physiquement les granulats afin de réguler leur comportement d'absorption en eau. Néanmoins, la présence abondante de liaisons hydroxyde $-\text{OH}$ doit préserver la capacité de mouillage aqueux de la surface [ABR 99].

Le granulat préalablement séché à $60\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ et $2,8\pm 0,5\%\text{HR}$ est introduit dans un malaxeur planétaire. Le malaxeur est ensuite mis en route à une vitesse de 30 trs/min et l'huile de lin est introduite en 30 secondes avec un **rapport massique Huile/Granulat de 0,5** (ce rapport était fixé à 1 par Monreal et al. [MON 11]). Le malaxage est maintenu

pendant 5 minutes afin d'assurer un recouvrement homogène des particules. Après traitement, un minimum de 20 jours à $20 \pm 2^\circ\text{C}$ et $35 \pm 5\% \text{HR}$ est réalisé.

I.1.3. Facteur de recouvrement et masse volumique

S'il est un paramètre important à prendre en compte, il s'agit probablement de **l'effet du traitement sur la masse des granulats**. L'exemple de l'étude de Monreal et al. [MON 11] est caractéristique. Ils effectuent sur des granulats de pulpe de betterave des traitements à l'huile de lin et au ciment avec un rapport $R/G=1$ avant de mesurer leur absorption/adsorption en eau lors d'une immersion. Ils observent des teneurs en eau W après essai environ deux fois inférieures à celle des granulats non traités mais sans prendre en compte le fait que la masse de chaque granulat ait doublé. L'absorption volumique est dès lors identique et le résultat faussé. Il en est de même lors de la formulation des bétons lignocellulosiques ou pour être comparatif, **il faut se baser sur la masse de granulats avant traitement**. Il a donc été décidé pour cette raison de prendre en compte systématiquement un **facteur de recouvrement Φ** . Ce facteur est défini de la manière suivante :

$$\Phi = \frac{m_T}{m_B} \quad \text{Eq. III. 11.}$$

- m_T : Masse des granulats après traitement (conditions sèches);
- m_B : Masse initiale brute des granulats (conditions sèches).

Les facteurs de recouvrements pour les granulats traités sont répertoriés dans le Tableau III. 3. Afin de vérifier la modification de masse des granulats, trois échantillons de 1000g de granulat sec (60°C , 48h) sont traités puis pesés à l'état sec après traitement. Les résultats montrent que le traitement dans un bain de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ tend à diminuer la masse des particules en raison du lessivage des extractibles. Les éventuels dépôts de carbonates [SED 07-2] ne permettent pas de contrebalancer ce phénomène.

Tableau III. 3. Comparaison des facteurs de recouvrement théoriques et obtenus expérimentalement après les phases de traitement des granulats.

Granulat	R/G	Φ_T^{**}	Φ_E^{**}	ρ_{A0-G} [kg.m^{-3}]	Ψ	$W_{35\%HR}$ [%]
CHENEVOTTE						
Ch-Ref	-	-	-	$114,2 \pm 2,3^*$	1	8,4
Ch-Ca	-	1	$0,992 \pm 0,05^*$	115 ± 6	1,007	7,6
Ch-HI	0,5	1,5	$1,51 \pm 0,007$	$190,5 \pm 3,3$	1,67	5,3
GRANULAT DE TOURNESOL						
Tr-Ref	-	-	-	$97,2 \pm 2$	1	9,5
Tr-Ca	-	1	$0,995 \pm 0,05$	$99,9 \pm 7$	1,028	7,9
Tr-HI	0,5	1,5	$1,52 \pm 0,008$	$141,6 \pm 4,6$	1,46	5,2

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

** Φ_T et Φ_E sont respectivement les facteurs de recouvrement théoriques et expérimentaux

L'augmentation de masse décrite par le facteur de recouvrement Φ pourrait en revanche ne pas refléter la modification de l'empilement granulaire, caractérisé par la masse volumique en vrac ρ_{A0-G} . L'évolution massique de l'empilement granulaire peut être définie comme le rapport entre la masse volumique en vrac après traitement et avant traitement:

$$\Psi = \frac{\rho_{A0-TRAITE}}{\rho_{A0-REF}} \quad \text{Eq. III. 12.}$$

Au même titre que le facteur de recouvrement, ce facteur Ψ est proche de 1 pour les granulats traités avec la solution de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ qui ont subi peu de modifications. Notons que le traitement de recouvrement à l'huile de lin a une influence plus importante sur la masse volumique des particules de chènevotte ($\Psi=1,67$) que sur celles de tournesol ($\Psi=1,46$). Etant donné que le facteur de recouvrement a été établi à 1,5, la modification de l'empilement granulaire est limitée.

I.1.4. Influence des traitements sur les propriétés thermiques des granulats

Les propriétés thermiques des granulats ont été mesurées directement en insérant les sondes dans un volume de granulats considéré comme semi-infini selon le protocole décrit au Chapitre III : II.6. Les résultats obtenus sur granulats secs ($60 \pm 0,1^\circ\text{C}$, $2,8 \pm 0,5\% \text{HR}$) sont rassemblés dans le Tableau III. 4.

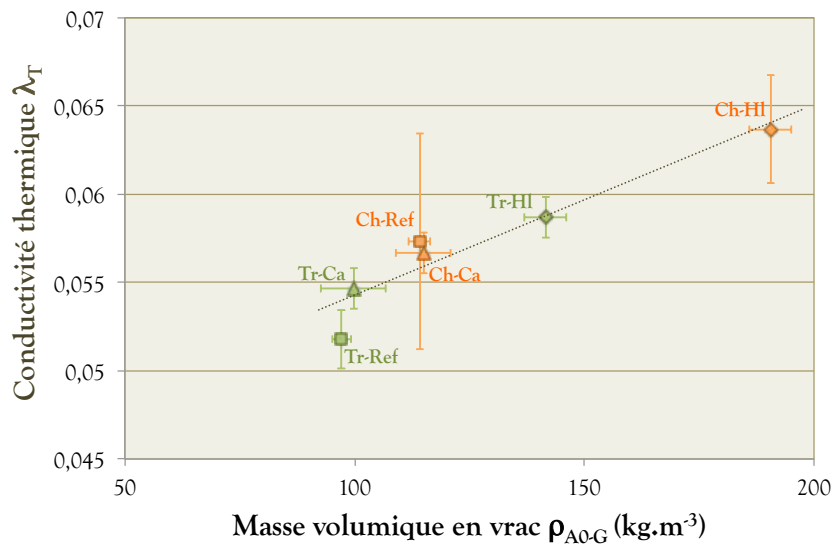


Figure III. 12. Conductivité thermique λ_{T0} des granulats bruts et traités à l'état sec en fonction de leur masse volumique en vrac sèche ρ_{A0-G} .

La Figure III. 12 montre que le granulat de tournesol possède une conductivité thermique inférieure à celle de la chènevotte. Néanmoins, il existe une forte corrélation entre la conductivité thermique et la masse volumique en vrac des granulats qui explique cette différence. Ainsi, dans l'hypothèse d'une formulation d'agrobétons de chanvre et de

tourne-sol de masses volumiques identiques, peu de différences de conductivité thermique sont à envisager.

L'impact du traitement à la chaux sur la conductivité thermique est limité, en cohérence avec la faible modification de la masse et de la masse volumique en vrac des granulats concernés. Cette observation est valable pour les autres propriétés thermiques (cf. Tableau III. 4). De la même manière, la plus grande masse volumique des granulats enrobés d'huile de lin engendre une conductivité (+12%) et une effusivité (+34%) thermiques accrues, la capacité thermique massique restant équivalente.

Tableau III. 4. Mesures des propriétés physiques et thermiques des granulats après traitement

Granulat	ρ_{A0-G} [kg.m ⁻³]	Ψ	λ_0 [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	e_T^{**} [W.s ^{1/2} .m ⁻² .K ⁻¹]	c_T^{**} [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]	a_T^{**} [m ² .s ⁻¹]
CHENEVOTTE						
Ch-Ref	114,2±2,3*	1	0,0573±0,006*	58,7±1,1*	526	9,6.10 ⁻⁷
Ch-Ca	115 ±6	1,007	0,0567±0,001	58,8±1,1	522	9,4.10 ⁻⁷
Ch-Hl	190,5 ±3,3	1,67	0,0637±0,003	79,3±3	519	6,4.10 ⁻⁷
GRANULAT DE TOURNESOL						
Tr-Ref	97,2 ±2	1	0,0518±0,002	54,2±7,8	583	9,1.10 ⁻⁷
Tr-Ca	99,9 ±6,5	1,028	0,0547±0,001	57,7±3	609	9.10 ⁻⁷
Tr-Hl	141,6 ±4,6	1,46	0,0587±0,001	72±5,3	624	6,6.10 ⁻⁷

* Intervalle de confiance 2 σ (95%)

** e_T : Effusivité thermique, c_T : Capacité calorifique, a_T : Diffusivité thermique

I.2. OBSERVATION DES GRANULATS TRAITES

I.2.1. Observation macroscopique de la surface

L'effet des traitements sur la surface même des granulats est parfois visible à l'œil nu, particulièrement dans le cas du granulat de tourne-sol (cf. Figure III. 13.b). Notons dans ce cas que toute la surface des granulats trempés dans une solution de chaux (dépôt de couleur blanche) et recouverts d'huile de lin (dépôt de couleur jaune) est visiblement recouverte. Une analyse plus complète est néanmoins difficile et demande un passage à une échelle dimensionnelle inférieure.

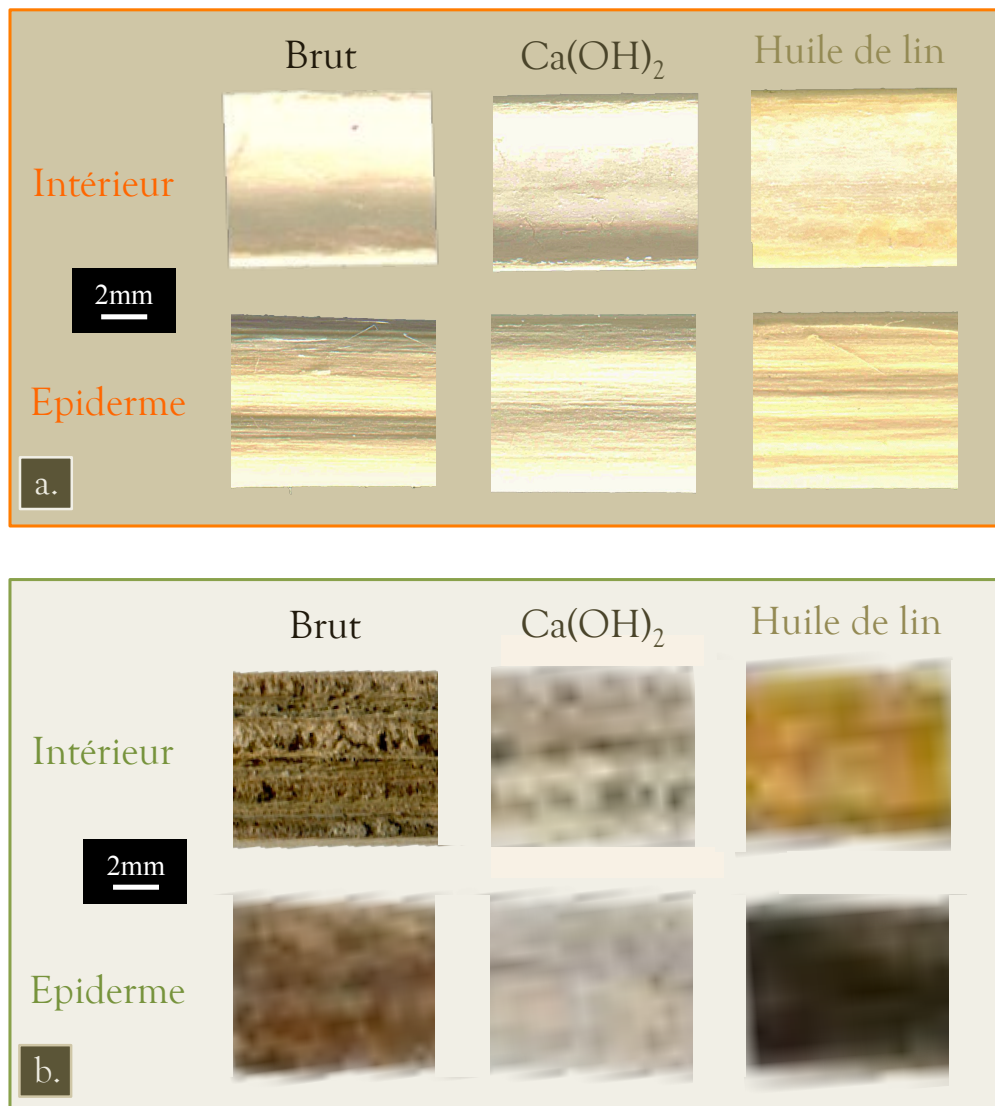


Figure III. 13. Observation macroscopique des faces interne et épidermique de plaquettes de chanvre (a) et de tournesol (b).

I.2.2. Observation microscopique de la surface

Des observations au MEB de particules traitées ont été effectuées sur les quatre faces caractéristiques définies au cours du Chapitre IV:

- ✎ Face interne ;
- ✎ Face épidermique ;
- ✎ Face transversale ou section transversale;
- ✎ Face radiale ou section longitudinale radiale.

I.2.2.a. Face interne

La face interne de particules de chanvre traitées à la chaux (cf. Figure III. 14b) laisse apparaître un dépôt irrégulier de clusters de carbonates de dimension comprise entre 1 et 10 μ m. Le même traitement appliqué aux granulats de tournesol génère un dépôt plus homogène et plus épais (cf. Figure III. 14e).

Concernant le traitement à l'huile de lin, il est difficile de distinguer le revêtement sur la surface interne de la chènevotte d'aspect très lisse (cf. Figure III. 14c). En revanche, la présence d'huile de lin est facilement visible dans les ouvertures présentes tout au long du vaisseau de la particule de tournesol visible en Figure III. 14f.

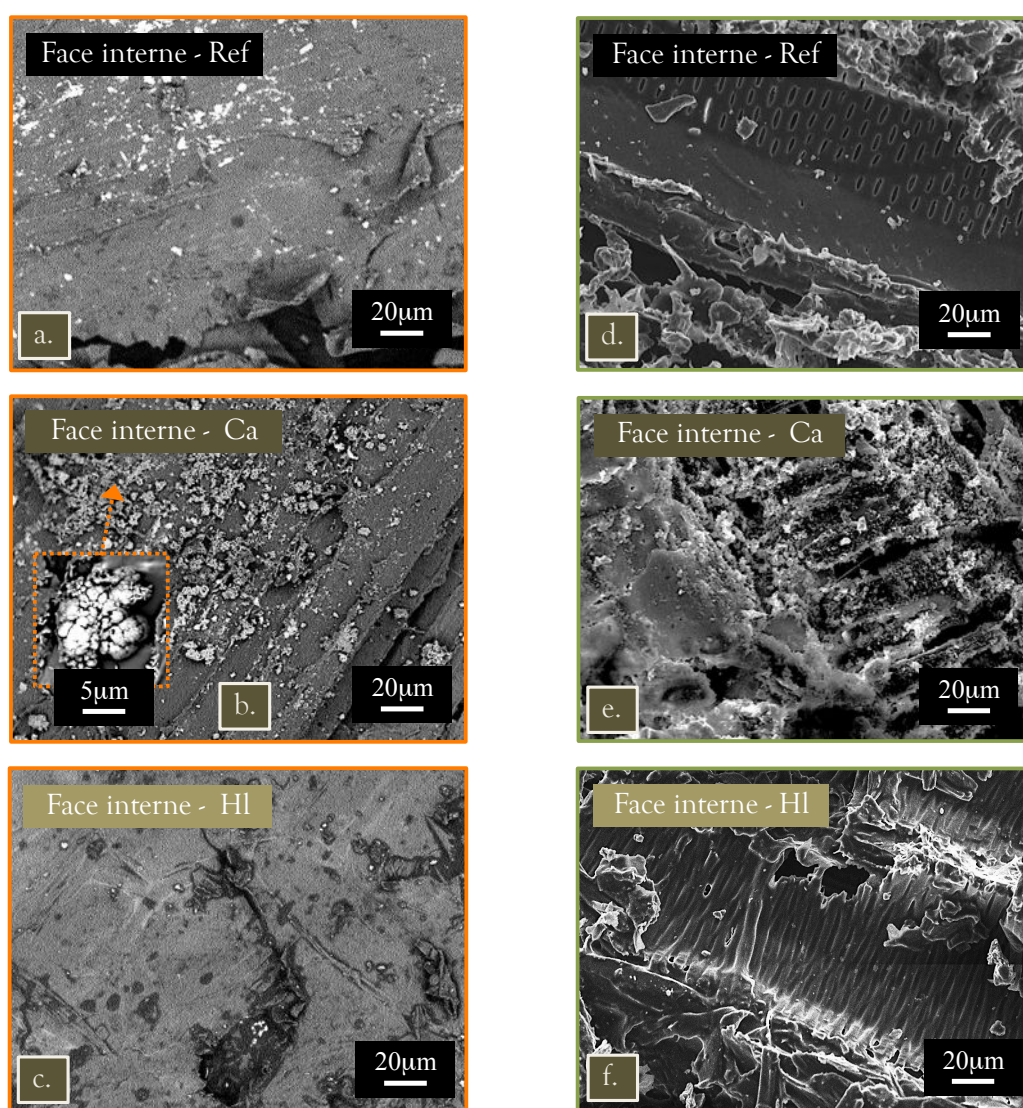


Figure III. 14. Observation au MEB (électrons secondaires) de la face interne des granulats de chanvre (brut (a), $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (b) et huile de lin (c)) et de tournesol (brut (d), $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (e), et huile de lin (f)).

I.2.2.b. Face épidermique

Comme sur la face interne, un dépôt inhomogène de carbonates est visible sur l'épiderme de la chènevotte (cf. Figure III. 15b). Ils prennent une forme différente qui s'apparente plus à un enchevêtrement de cristaux de 1 à 2 μm de longueur. Le revêtement de carbonates apparus sur le tournesol est là encore plus homogène et formés de clusters sphériques. Au même titre que sur la face interne, il est difficile de distinguer sur les épidermes lisses des particules de chènevotte (cf. Figure III. 15c) et de tournesol (cf. Figure III. 15f) le revêtement d'huile de lin.

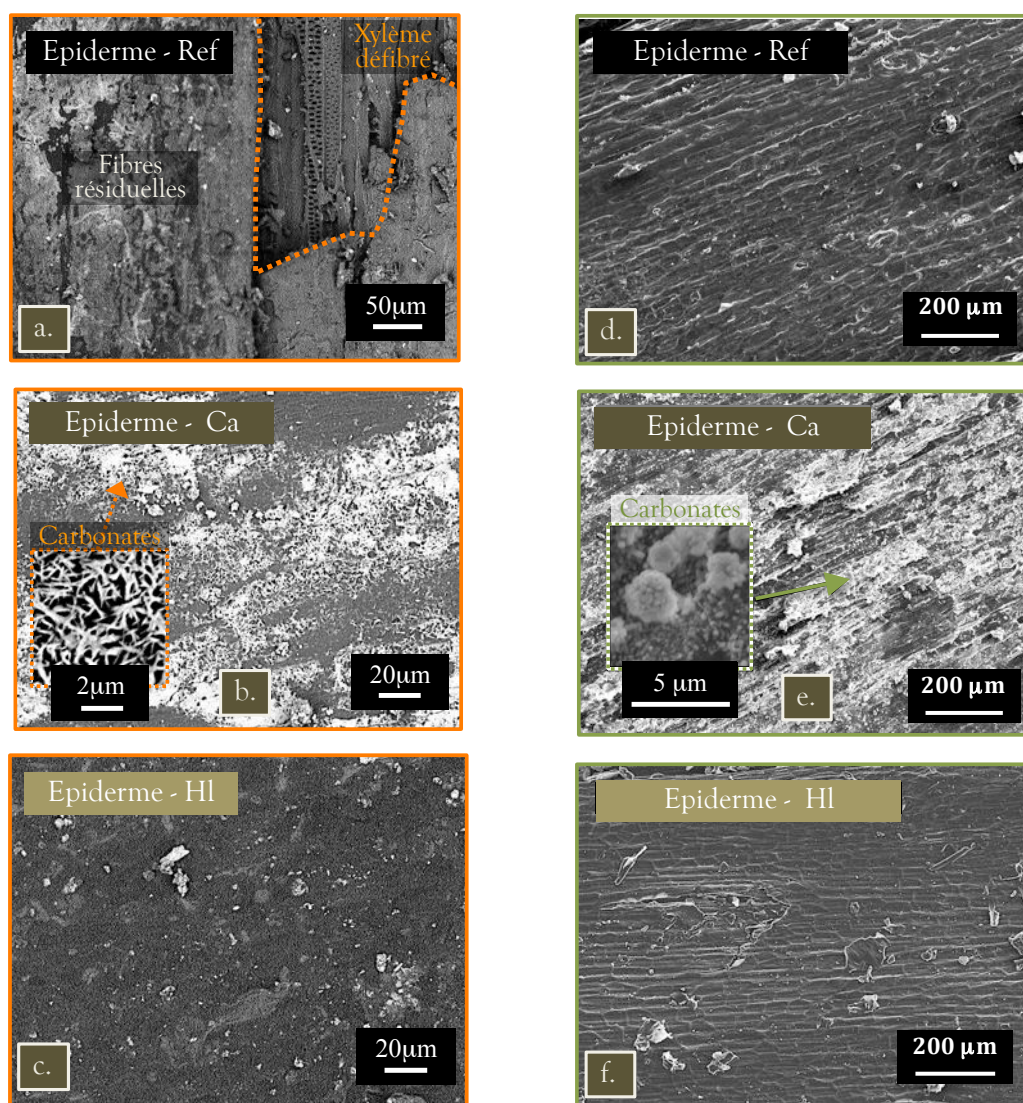


Figure III. 15. Observation au MEB (électrons secondaires) de la face épidermique des granulats de chanvre (brut (a), Ca(OH)_2 (b) et huile de lin (c)) et de tournesol (brut (d), Ca(OH)_2 (e) et huile de lin (f))

I.2.2.c. Face transversale

La face transversale, qui laisse apparaître l'ouverture des vaisseaux du xylème et du phloème est celle par laquelle s'effectue prioritairement l'absorption d'eau par capillarité (cf. Figure III. 16a et d). L'observation de cette face sur les granulats Ch-Ca (cf. Figure III. 16b) laisse apparaître une surface recouverte de carbonates. L'entrée des vaisseaux principaux reste néanmoins ouverte. Sur la Figure III. 16e correspondant à une particule Tr-Ca, les carbonates sont concentrés plus spécifiquement sur les rebords des cellules et n'obstruent pas non plus les cavités. Le revêtement à l'huile de lin s'effectue lui de deux manières. La viscosité de l'huile de lin liquide et/ou la quantité utilisée ne permettent de recouvrir la surface que partiellement. Certaines porosités sont donc obstruées mais ne constituent pas une majorité (cf. Figure III. 16c). En revanche, la plupart des parois situées aux ouvertures des cellules sont recouvertes d'une pellicule d'huile de lin hydrophobe qui pourrait empêcher la capillarité de s'amorcer (cf. Figure III. 16f).

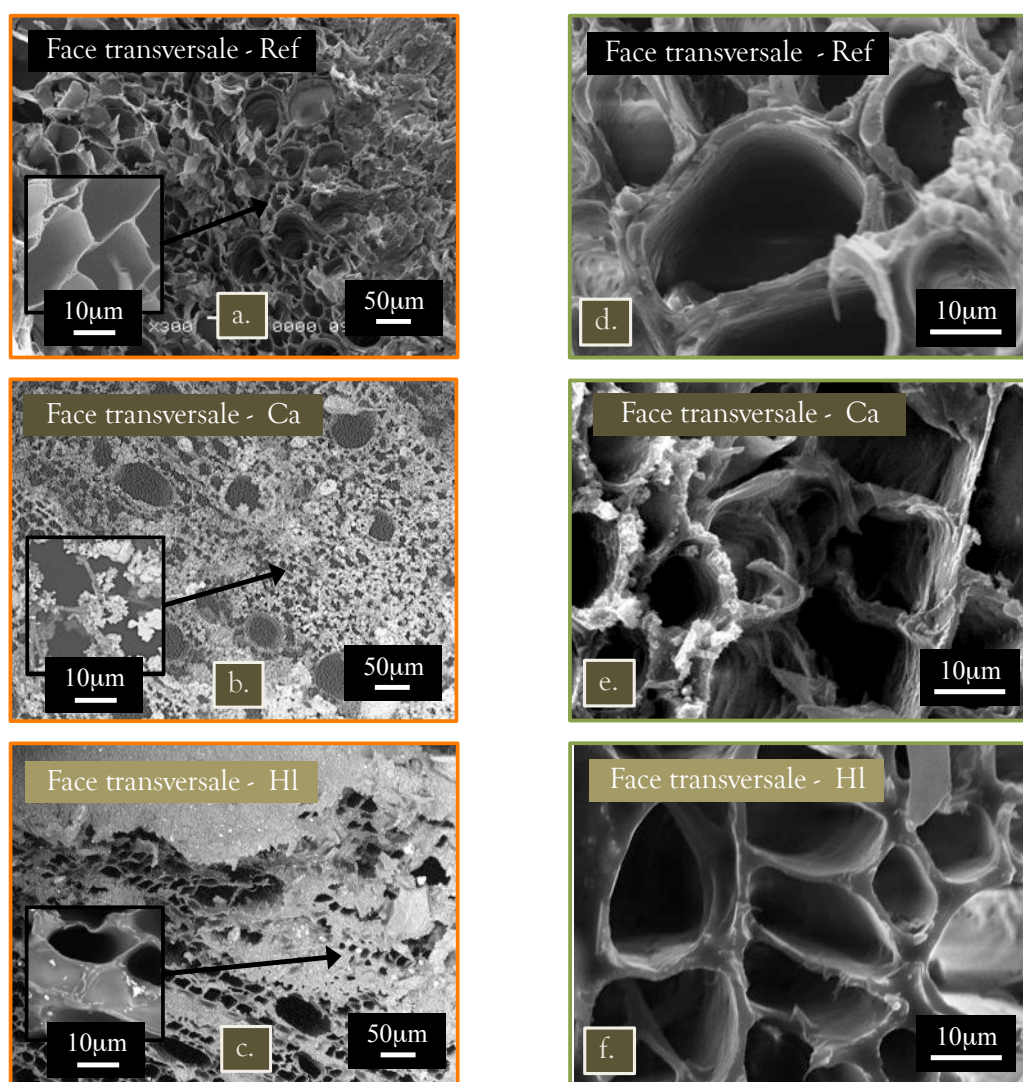


Figure III. 16. Observation au MEB (électrons secondaires) de la face transversale des granulats de chanvre (brut (a), $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (b) et huile de lin (c)) et de tournesol (brut (d), $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (e) et huile de lin (f)).

I.2.2.d. Face radiale

Sur la face radiale des particules de chanvre Ch-Ca, peu de modifications sont visibles à l'exception de rares dépôts, notamment dans les ponctuations (cf. Figure III. 17b). Cette surface est en revanche largement recouverte sur les particules de tournesol (cf. Figure III. 17e).

Le recouvrement par l'huile de lin est ici clairement identifiable sur les deux particules. On peut estimer que ce traitement laisse en surface des particules une épaisseur d'huile polymérisée de l'ordre de quelques micromètres.

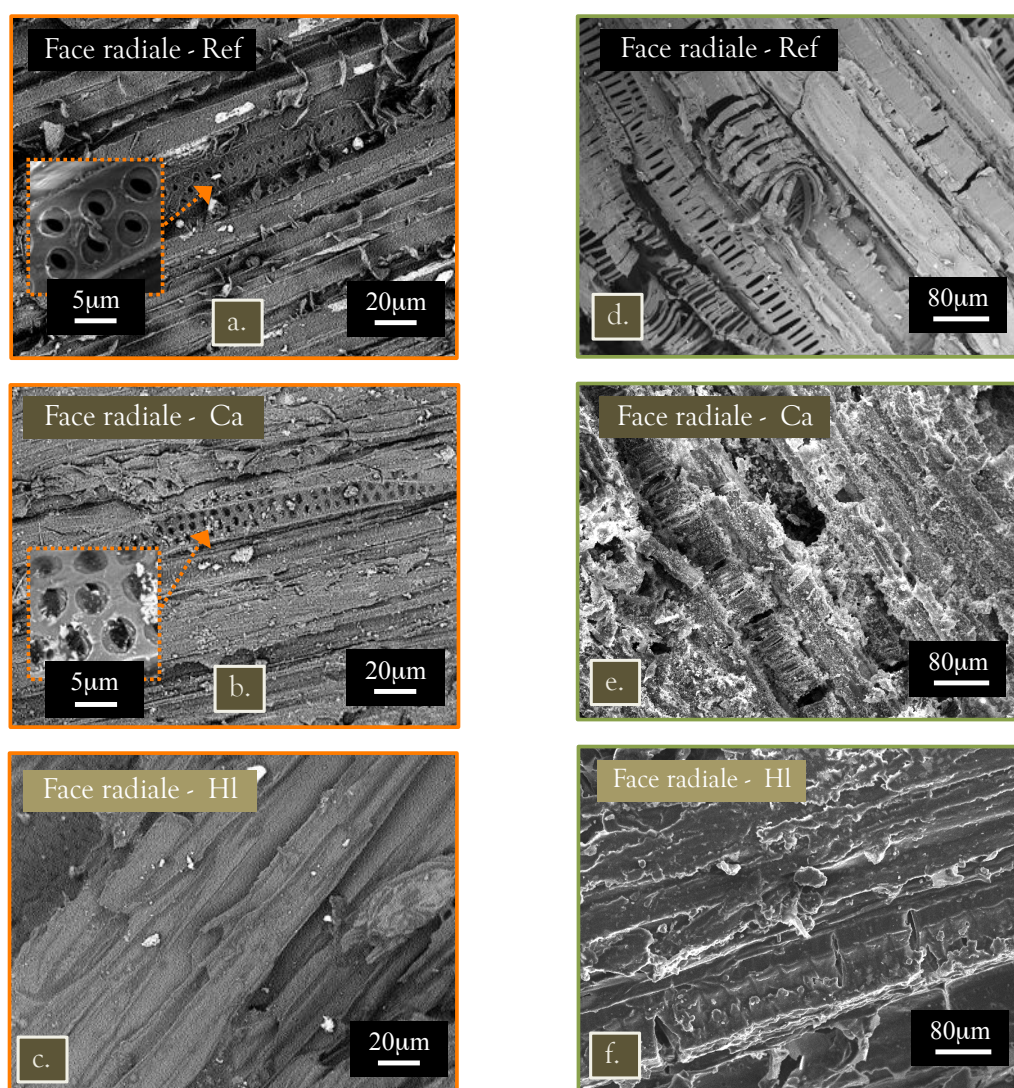


Figure III. 17. Observation au MEB (électrons secondaires) de la face radiale des granulats de chanvre (brut (a), Ca(OH)_2 (b) et huile de lin (c)) et de tournesol (brut (d), Ca(OH)_2 (e) et huile de lin (f)).

I.2.2.e. Moelle cellulosique

La moelle cellulosique, présente uniquement dans le granulat de tige de tournesol, subit une forte modification suite aux traitements. Sa surface est entièrement tapissée de carbonates après le traitement dans la solution de chaux. Le revêtement à l'huile de lin est réparti de façon homogène sur une épaisseur de l'ordre du micromètre.

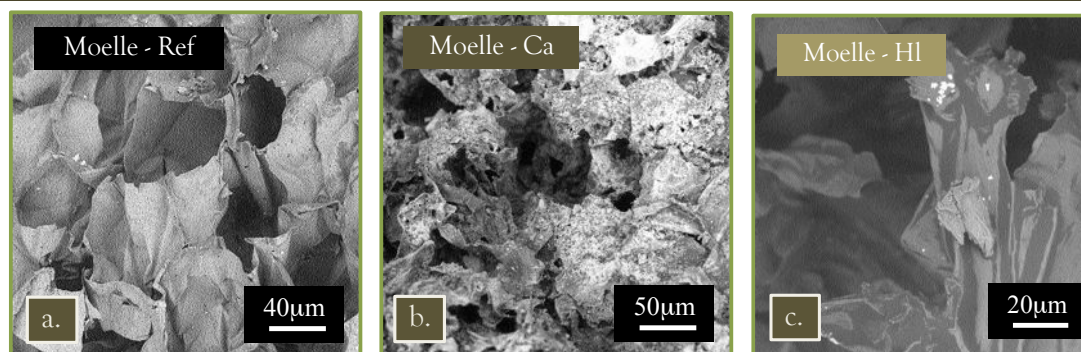


Figure III. 18. Observation au MEB (électrons secondaires) de la moelle des granulats de tournesol (brut (a), Ca(OH)_2 (b) et huile de lin (c)).

I.2.3. Observation microscopique de l'intérieur des particules

L'observation de la surface des granulats, si elle donne des informations sur l'homogénéité du traitement et sur le comblement des porosités apparentes, ne renseigne en aucun cas sur la progression de la substance de traitement dans la structure. Aussi a-t-il semblé nécessaire d'effectuer des coupes ciblées permettant de faire ces observations.

I.2.3.a. Coupe transversale

Les coupes transversales reportées ci-dessous le sont uniquement pour le chanvre, les mêmes observations étant possibles avec les granulats de tournesol. La découpe a été effectuée 5mm sous la face transversale, ce qui correspond pour la plupart des granulats à les observer à cœur. Pour le traitement à la chaux, aucun réel changement n'est observable (cf. Figure III. 19c). En revanche, l'huile de lin a permis de boucher à cœur environ la moitié des porosités (cf. Figure III. 19c), et ce malgré son importante viscosité.

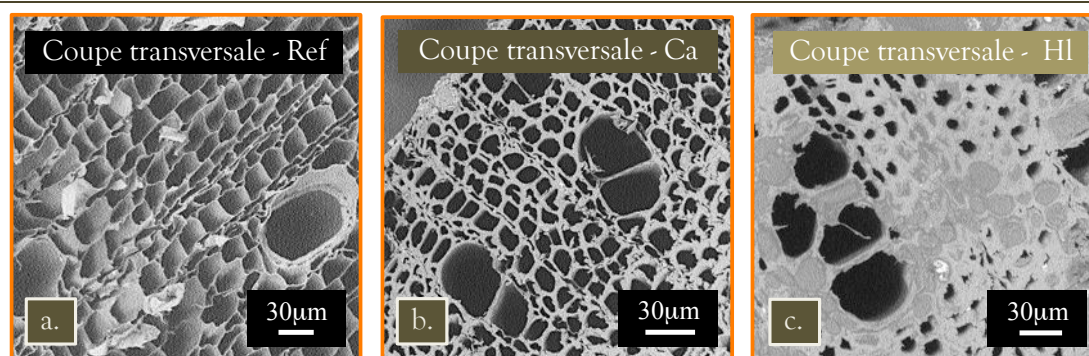


Figure III. 19. Observation au MEB (électrons secondaires) d'une coupe transversale des granulats de chanvre (brut (a), Ca(OH)_2 (b) et huile de lin (c)).

I.2.3.b. Coupe longitudinale radiale

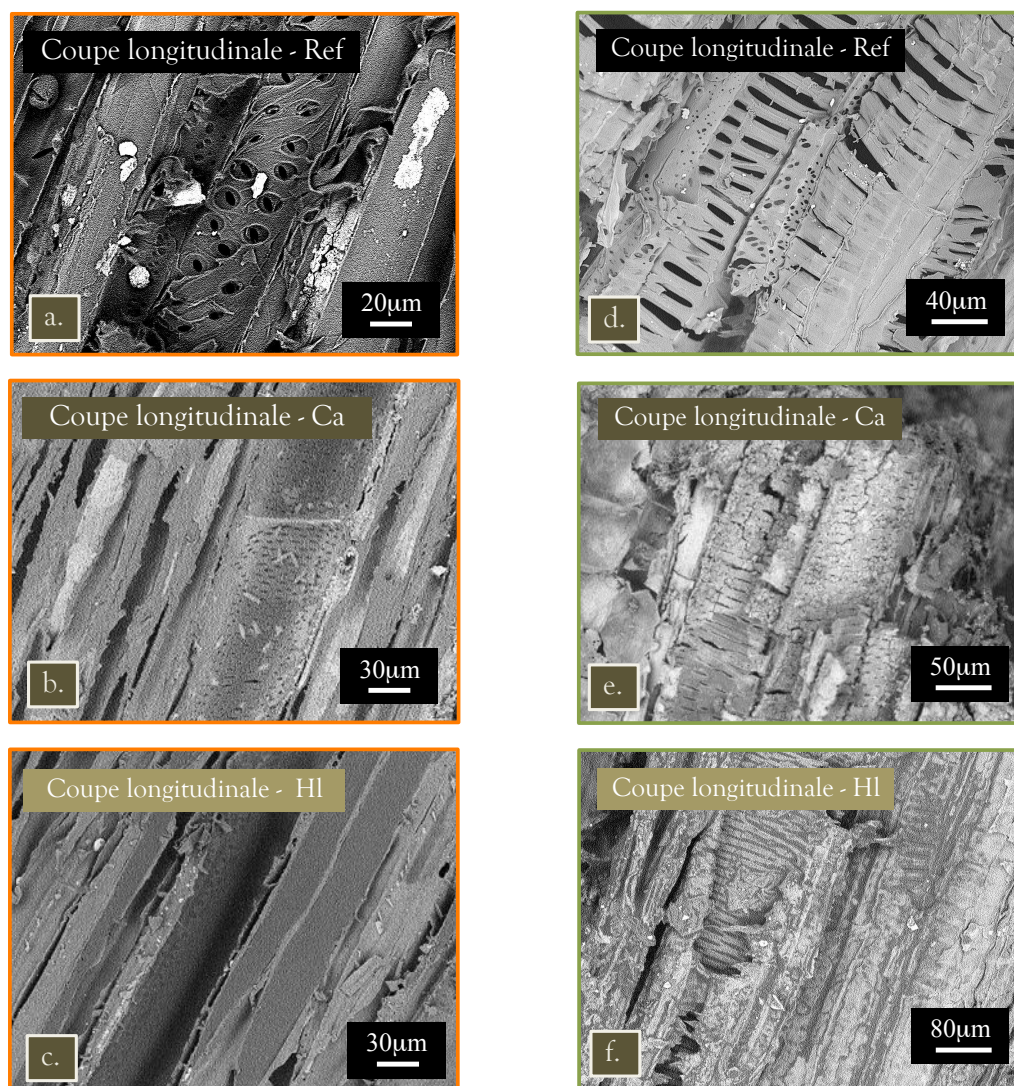


Figure III. 20. Observation au MEB (électrons secondaires) d'une coupe longitudinale des granulats de chanvre (brut (a), Ca(OH)_2 (b) et Huile de lin (c)) et de tournesol (brut (d), Ca(OH)_2 (e) et Huile de lin (f)).

Les coupes longitudinales permettent de venir confirmer l'impact de l'huile de lin sur la structure interne des particules. La répartition de la substance de traitement est cependant différente au sein des structures végétales. Ainsi dans la particule de tournesol, l'huile de lin forme un revêtement homogène sur les parois de l'ensemble de ces canaux (cf. Figure III. 20f). Au contraire, l'impact sur les particules de chanvre est plus ciblé et permet de combler entièrement certains canaux, ce qui vient confirmer l'observation faite sur la coupe transversale (cf. Figure III. 20c).

Le traitement à la chaux permet un dépôt interne de carbonates sur les parois cellulaires des particules de tournesol (cf. Figure III. 20e) mais semble nettement plus limité avec la chènevotte (cf. Figure III. 20b).

I.2.4. Bilan des observations

Les observations menées au MEB sur les particules de chènevotte et de tournesol permettent d'apprécier l'homogénéité des traitements réalisés. Le traitement à la chaux est à l'origine de la nucléation de clusters sphériques ou de cristaux de carbonates répartis sur toutes les faces. Ce recouvrement est cependant plus homogène sur le granulat de tournesol et s'étend sur les parois cellulaires des canaux internes aux particules. Pour le chanvre comme pour le tournesol, l'épiderme est la face où la fixation du calcium et la nucléation de carbonates sont les plus faibles.

Le revêtement à l'huile de lin, d'un rapport massique R/G de 0,5, permet le dépôt sur les faces internes, épidermiques et radiales d'une pellicule micrométrique homogène. La face transversale, laissant apparaître l'ouverture des vaisseaux conducteurs, est recouverte de façon inhomogène. Le lumen de certains vaisseaux est maintenu ouvert, leurs parois étant visiblement tapissées d'huile de lin polymérisée, quand d'autres sont complètement obstrués (notamment pour la chènevotte). Une observation de la structure interne laisse apparaître la même répartition ce qui souligne l'aptitude de l'huile de lin à progresser dans la structure malgré sa viscosité.

I.3. INFLUENCE DES TRAITEMENTS SUR LES PROPRIÉTÉS HYGROPHILES

I.3.1. Aptitude au mouillage

Du fait de la forme parallélépipédiques et des dimensions des particules issues des tiges lignocellulosiques, seuls l'épiderme et la face interne des plaquettes ont été caractérisés dans ce paragraphe.

I.3.1.a. Analyse ATR-IRTF des surfaces

L'analyse ATR-IRTF réalisée sur des particules traitées confirme la formation de carbonates (1414cm^{-1} , 875cm^{-1}) observée dans le paragraphe précédents (cf. Figure III. 21). Le pic visible à 875cm^{-1} est caractéristique d'un type de carbonate : la calcite. Ces deux pics sont plus marqués sur les particules de tournesol que sur la chènevotte, ce qui est en accord avec le meilleur recouvrement observé lors des analyses MEB. Toujours en accord

avec ces analyses, la face interne est plus riche en carbonates que l'épiderme. Concernant l'impact du traitement sur les polysaccharides, l'observation des pics principaux de la cellulose et des hémicelluloses ($3600-3100\text{cm}^{-1}$, 1040cm^{-1}) souligne une nette baisse de la concentration de ces polymères en surface. Les pics caractéristiques des graisses (2920 et 2850cm^{-1}) et des pectines (1740cm^{-1}) ne sont plus visibles. Le traitement à la chaux a donc permis non seulement de déposer en surfaces des carbonates mais également d'éliminer une partie des polysaccharides extractibles.

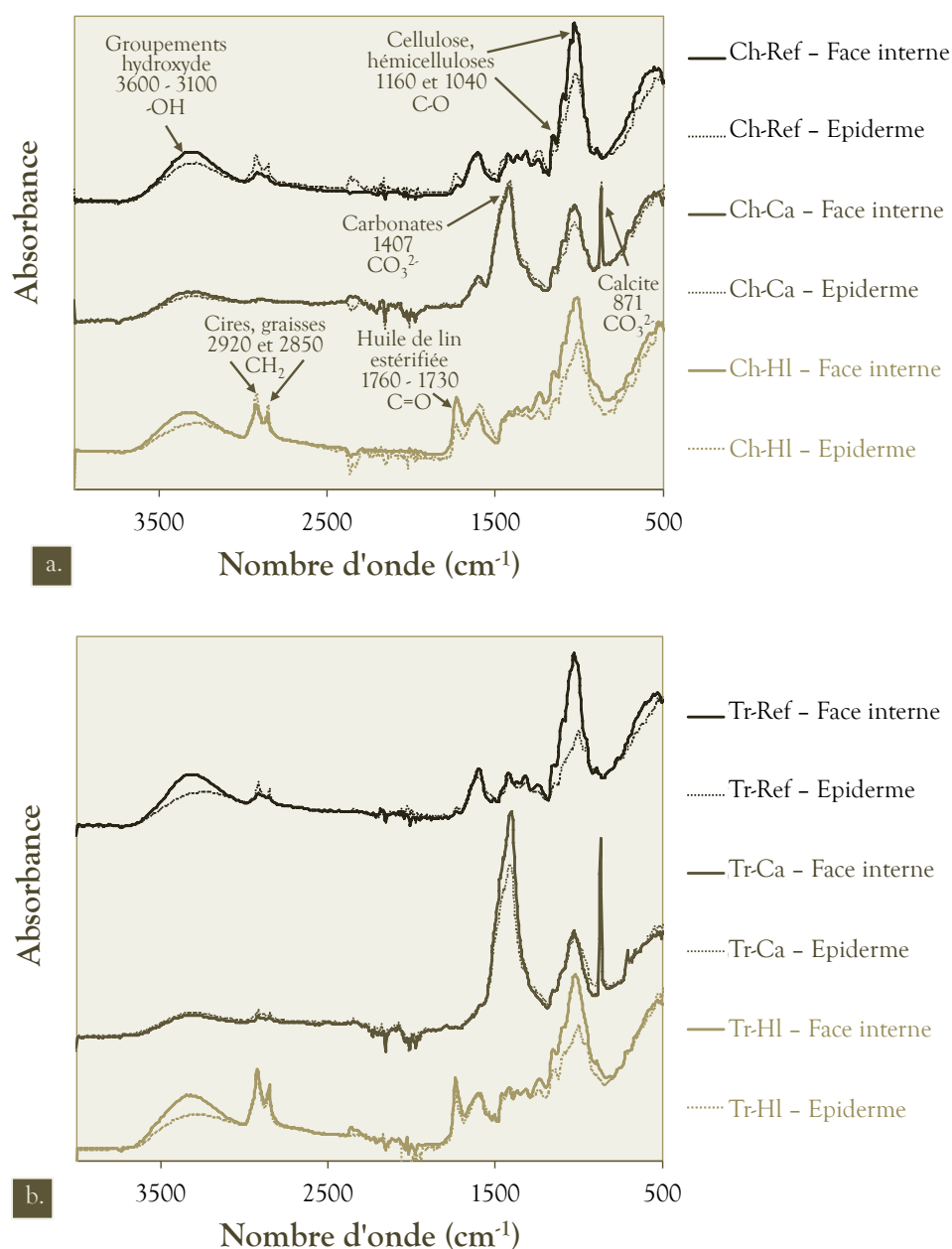


Figure III. 21. Spectres ATR-IRTF des faces intérieures et épidermiques des granulats traités de chanvre (a) et de tournesol (b).

Le dépôt d'huile de lin est très différent puisqu'il ne permet pas l'extraction préalable d'une partie des polysaccharides. En revanche, l'analyse IRTF confirme bien le dépôt de graisses (2920 et 2850cm^{-1}) mais aussi de groupements ester ($1760\text{-}1730\text{cm}^{-1}$) caractéristiques de l'oxydation de l'huile de lin. Les bandes caractéristiques des polysaccharides ne semblent pas affectées par la présence de l'huile de lin. Etant donné une profondeur d'analyse variant de 1 à $2\mu\text{m}$ pour la technique de l'ATR, on peut estimer l'épaisseur du dépôt d'huile de lin à $1\mu\text{m}$ environ.

I.3.1.b. Mouillabilité de la surface

L'aptitude au mouillage est, nous l'avons vu dans le chapitre IV, caractérisée par l'angle de contact que forment les particules avec le liquide de mouillage. Les expériences réalisées ci-dessous utilisent l'eau comme solvant.

L'effet du traitement à la chaux sur le chanvre (Ch-Ca) est plutôt hydrophobant (cf. Figure III. 22a). Que ce soit sur l'épiderme ou sur la face intérieure, la goutte déposée subit un léger étalement pendant les 60s du test mais n'est pas absorbée. L'effet de ce traitement est très différent sur les particules de tournesol (cf. Figure III. 22b). Dès le dépôt de la goutte, la particule a un comportement hydrophile. Durant les 60 secondes qui suivent, la goutte déposée est le plus souvent absorbée plutôt qu'étalée sur la surface (cf. Chapitre IV:II.2.5.b). Contrairement aux particules laissées brutes Tr-Ref, l'effet absorbant est visible également sur l'épiderme.

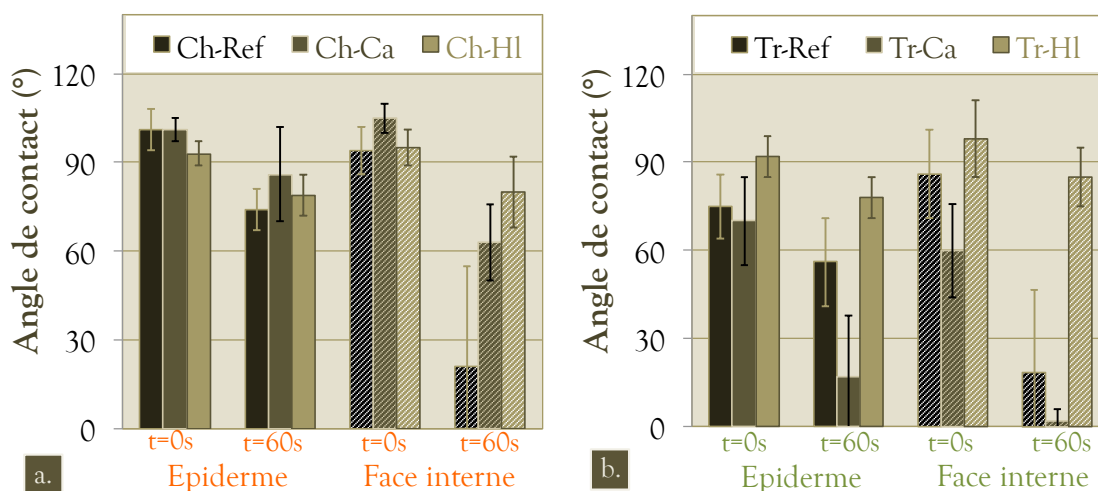


Figure III. 22. Angles de contact θ à 0 et 60s formés entre les faces internes et externes des particules parallélépipédiques de chanvre et de tournesol en fonction des traitements réalisés.

De manière générale, le traitement à l'huile de lin tend à hydrophober les particules, l'angle de contact θ initial étant supérieur à 90° . Même après 60 secondes, θ est proche de 90° , signe d'un mauvais mouillage de la particule. Ce constat peut être effectué de façon similaire avec les deux granulats Ch-Hl et Tr-Hl.

I.3.2. Adsorption/absorption/gonflement des granulats

I.3.2.a. Gonflement et ASE

La mesure du gonflement tangentiel G_T , effectuée en parallèle des essais d'absorption de plaquette, démontre l'aptitude des traitements à limiter la diffusion et la liaison des molécules d'eau dans les parois cellulaires lignocellulosiques. Notons une fois de plus les erreurs importantes qui caractérisent chacune des mesures (cf. Figure III. 23).

Le traitement à la chaux permet une diminution de moitié du gonflement des particules de chènevotte (Ch-Ca, Figure III. 23a) qui est divisé par deux pour atteindre 4,5%. Cet effet est moins marqué avec le tournesol (Tr-Ca, Figure III. 23b), la chute du gonflement étant d'environ 25% pour atteindre 6,7%. Cette modification du comportement gonflant s'explique par la capacité des traitements aqueux et alcalins à lessiver les composés hydrophiles comme les hémicelluloses [VAL 99, SED 07-2, LET 08].

Le revêtement à l'huile de lin permet également une diminution du gonflement G_{T-MAX} qui s'établit à 6,7% pour Ch-HI et 5,8% pour Tr-HI. Le mécanisme est cependant très différent puisqu'il ne s'agit pas dans ce cas d'une lixiviation. Si l'on se réfère aux observations faites sur la surface et la structure interne des particules traitées (cf. §0), cette stabilisation dimensionnelle pourrait être due au ralentissement de la diffusion de vapeur d'eau dans la structure ou à l'inaccessibilité de certaines parois cellulaires. L'aptitude de l'huile de lin à former des liaisons hydrogènes durables avec les composés cellulotiques et hémicellulosiques est également une explication probable de ce phénomène.

Concernant la cinétique, les courbes ne montrent pas de différences majeures mais ne permettent pas de conclure à ce niveau, des mesures à des temps courts n'ayant pu être réalisées.

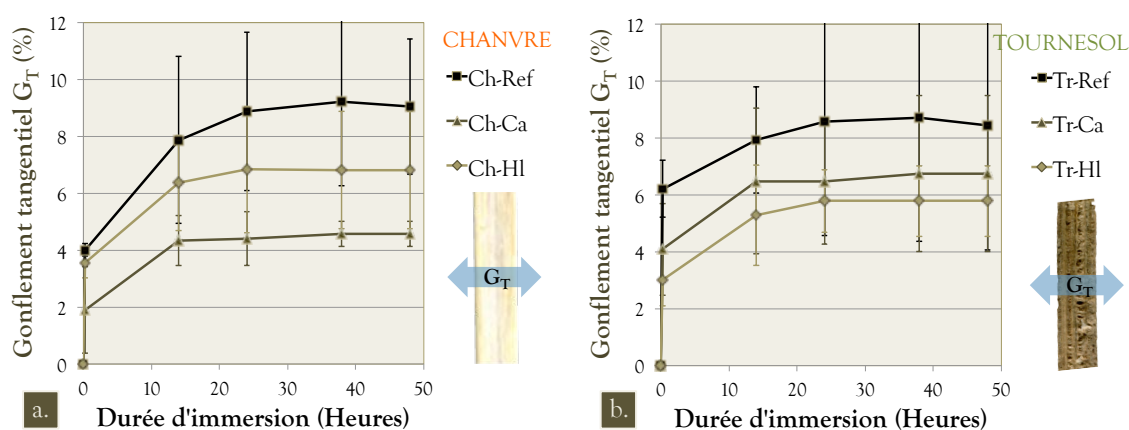


Figure III. 23. Evolution du taux de gonflement des particules brutes et traitées de chanvre (a) et de tournesol (b).

Basé sur ces mesures, il est possible de calculer le coefficient ASE²⁸. Il s'agit d'un paramètre quantitatif caractérisant l'efficacité des traitements à limiter le gonflement de la particule. Pour chaque traitement effectué sur les particules de chanvre et de tournesol, les valeurs d'ASE sont reportées dans le Tableau III. 5. Son expression est la suivante :

$$ASE = \frac{G_{T-REF} - G_{T-TRAITE}}{G_{T-REF}} \cdot 100 \quad \text{Eq. III. 13.}$$

Tableau III. 5. Valeurs des coefficients ASE des traitements effectués sur les particules de chènevotte et de tige de tournesol.

	PLAQUETTE DE CHANVRE		PLAQUETTE DE TOURNESOL	
	Ch-Ca	Ch-HI	Tr-Ca	Tr-HI
ASE	50,4	26,1	22,6	33,7

I.3.2.b. Adsorption/absorption massique en immersion

Un test d'absorption/adsorption par immersion des granulats traités dans l'eau du réseau a également été effectué. Au même titre que pour les granulats bruts, la prise en masse des granulats traités suit la loi logarithmique décrite au Chapitre IV:II.2.6 (cf. Figure III. 24). Rappelons que le granulat brut de tournesol Tr-Ref absorbe environ 50% plus d'eau que le granulat de chanvre Ch-Ref à saturation.

Concernant le traitement à la chaux, son impact s'avère très différent sur la chènevotte et sur le granulat de tournesol. La chènevotte traitée Ch-Ca ne présente aucune différence majeure avec le granulat de référence Ch-Ref, l'adsorption initiale W_0 et le coefficient d'absorption C_A étant très proches (cf. Figure III. 24a). A l'opposé, le granulat Tr-Ca présente un W_0 et un C_A respectivement 40% et 45% plus faible que Tr-Ref. Il est possible que cet effet soit dû au dépôt plus régulier de carbonates sur la surface des particules de tournesol, particulièrement la moelle cellulosique.

Les tests conduits sur les granulats traités à l'huile de lin montrent une adsorption durant la première minute W_0 entre 40 et 45 % plus faible après correction avec le facteur de recouvrement. L'obturation d'une partie d'une partie des vaisseaux conducteurs est à l'origine de cette différence. La phase d'absorption qui suit s'effectue en revanche plus rapidement qu'avec les granulats bruts, le coefficient d'absorption étant 15% plus élevé.

²⁸ ASE : Anti-Swelling Efficiency

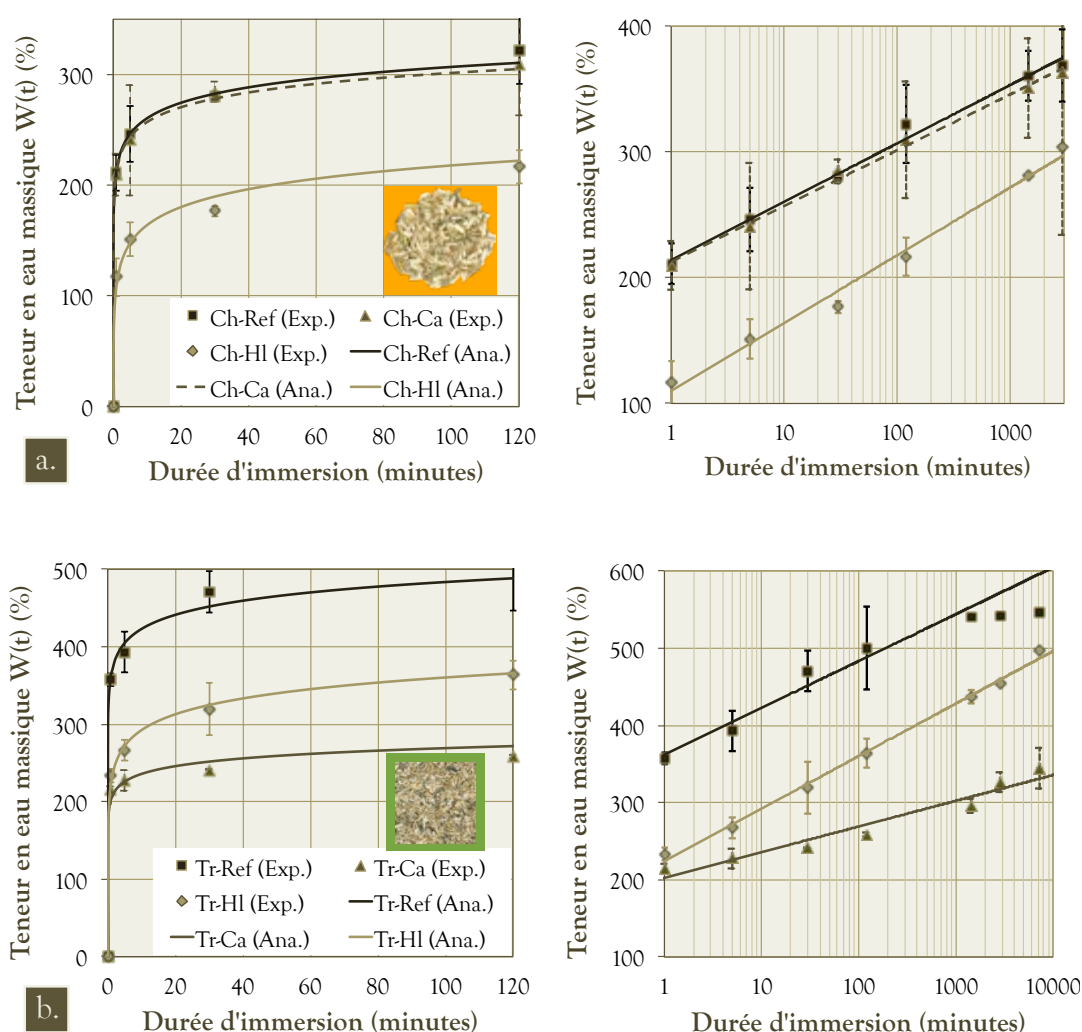


Figure III. 24. Comportement analytique et expérimental en absorption/adsorption des granulats traités de chanvre (a) et de tournesol (b) immergés dans l'eau.

1.3.3. Tableau récapitulatif et discussion

La mouillabilité de surface, comme nous l'avons vu au Chapitre II, est un des facteurs primordiaux à prendre en compte pour réaliser l'adhésion entre une particule végétale et un liant minéral. La réalisation de mesures d'angle de contact à la goutte déposée sur les surfaces hétérogènes des particules, si elle souligne des tendances, n'est pas le moyen idéal de déterminer l'effet d'un traitement. Les analyses de surfaces en ATR-IRTF, les mesures d'adsorption/absorption et de gonflement sont en revanche des moyens simples d'évaluer l'impact de ce traitement.

Les expériences réalisées dans ce paragraphe nous ont permis de voir que le traitement à la chaux permettait d'éliminer une partie des polysaccharides présents en surface des particules mais aussi de déposer des clusters de carbonates sur les surfaces des particules. L'élimination des extractibles, souvent des composés hydrophobes et gonflants comme les hémicelluloses, est ainsi directement à l'origine de la diminution de la capacité gonflante des végétaux traités. L'effet sur l'absorption/adsorption des granulats est beaucoup plus marqué pour le granulat de tournesol que de chènevotte, avec une diminution d'environ 80% de l'adsorption initiale W_0 et du coefficient d'absorption capillaire C_A . Les éléments décrits ici ne permettent pas d'expliquer correctement ce phénomène.

Le traitement à l'huile de lin joue bien le rôle hydrophobant attendu, avec notamment des angles de contact stabilisés et proches de 90° qui expliquent la chute de l'adsorption/absorption de surface initiale W_0 . Le coefficient soulignant la cinétique d'absorption par capillarité C_A est augmenté de 15% et que la diminution de W_0 correspond à un retardement de l'absorption, et non pas à son empêchement. Le coefficient ASE, est proche de 30% pour les deux granulats traités.

Tableau III. 6. Récapitulatif des propriétés d'adsorption/absorption par immersion dans l'eau des granulats traités

Traitement	Granulat	θ_{60s} [°]		W_0 [%]	C_A [kg.kg ⁻¹ .log (min) ⁻¹]	$W_{48H-EXP}$ [%]	ASE [%]
		Epi.	Int.				
GRANULAT DE CHENEVOTTE							
Brut	Ch-Ref	74± 7	21 ±34	211±16*	46,4	369 ±29	-
Ca(OH) ₂	Ch-Ca	86±16	63 ±13	210 ±19	44,4	363 ±65	50,4
Huile de lin	Ch-HI	79 ±7	80 ±12	117 ±18	53,9	304 ±5	26,1
GRANULAT DE TOURNESOL							
Brut	Tr-Ref	56±15	19 ±28	357 ±8	60,6	542 ±5	-
Ca(OH) ₂	Tr-Ca	17±21	2 ±4	215 ±5	33,3	326 ±12	22,6
Huile de lin	Tr-HI	68 ±7	78 ±21	233 ±9	68	455 ±5	33,7

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

II. EFFET DES TRAITEMENTS SUR L'ADHESION LIANT/PARTICULE VEGETALE

II.1. METHODE DE LA PLAQUE IMMERGEE

II.1.1. Description du dispositif

Une méthode simple a été utilisée pour enregistrer, pendant 48 heures, la prise de la pâte de liant autour de plaquettes de chanvre ou de tournesol. Le dispositif utilisé est basé sur celui développé par Amziane et al. [AMZ 08, SLE 10] pour observer la sédimentation et l'augmentation du seuil de cisaillement des suspensions non-Newtoniennes. Il est composé d'une plaque, fixée sur un bâti rigide, plongée dans le récipient contenant la suspension (cf. Figure III. 25a). La masse apparente de l'ensemble constitué par le récipient et la suspension est mesurée continuellement en enregistrant le signal de sortie de la balance. La balance utilisée possède une résolution de ± 0.01 g.

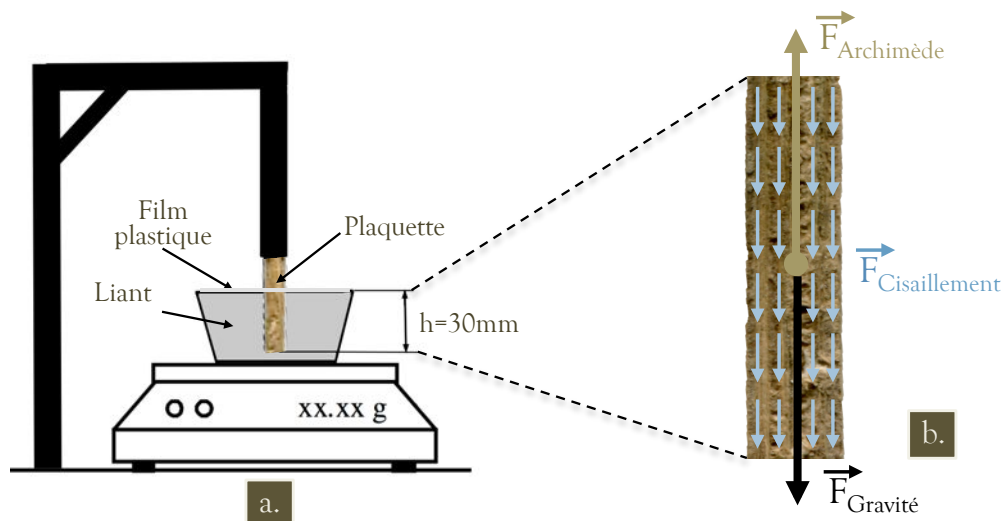


Figure III. 25. Dispositif de mesure pour l'essai d'adhésion avec plaquette de chanvre ou de tournesol immergée (a). Description des efforts s'exerçant sur la plaque immergée (b).

Dans l'étude menée, les plaques sont en réalité des plaquettes de dimensions $60 \times 7 \times (2-3) \text{ mm}^3$ découpées sur des tiges de chanvre ou de tournesol selon le protocole décrit au Chapitre III: II.2.3. Ces plaquettes ont été **traitées après découpe sans polissage particulier des surfaces qui doivent conserver leur rugosité naturelle**.

Pour chaque essai, une gâchée du liant de référence est préparée puis déversée dans le récipient et vibrée 30 secondes ($1,5 \times g$ d'amplitude). La surface est ensuite arasée et recouverte d'un **film plastique** imperméable, imposant des **conditions considérées endogènes**, entaillé en son centre sur 1cm. L'ensemble du récipient, de la pâte et du film plastique représente une masse totale de 1,5kg. Cet ensemble est posé sur la balance. La

plaquette qui fait l'objet de l'essai est alors fixée sur le bâti puis introduite sur une profondeur de $30 \pm 0,5$ mm dans la pâte à l'endroit entaillé. La tare de la balance est alors effectuée et un programme de mesure de la masse lancé sur 48 heures.

Lorsque la plaquette est immergée dans le liant, la masse mesurée par la balance située sous le récipient décroît à mesure qu'une partie du liant se reporte sur la plaquette en même temps qu'il se structure. La **masse reportée sur la surface de la plaquette** est appelée $m_p(t)$. Elle peut être déduite de l'équilibre statique de la plaquette dans le fluide à seuil dont le bilan est le suivant (cf. Figure III. 25b):

$$\vec{F}_{\text{Gravité}} = m_{\text{P-AIR}} \cdot \vec{g} \quad \text{Eq. III. 14.}$$

$$m_p(t) \cdot \vec{g} = \vec{F}_{\text{Gravité}} + \vec{F}_{\text{Archimède}} + \vec{F}_{\text{Cisaillement}} \quad \text{Eq. III. 15.}$$

- ℳ $m_{\text{P-AIR}}$: Masse apparente de la plaquette dans l'air ;
- ℳ $m_p(t)$: Masse apparente de la plaquette plongée dans le liant ;
- ℳ $F_{\text{Gravité}}$: Force de gravité appliquée à la plaquette dans l'air ;
- ℳ $F_{\text{Archimède}}$: Poussée d'Archimède qui s'exerce sur la plaquette après son introduction dans le liant ;
- ℳ $F_{\text{Cisaillement}}$: Force de cisaillement s'exerçant à l'interface plaquette/liant.

Pendant la structuration, une déformation verticale de la pâte cimentaire se produit sous l'effet de son propre poids. Cette déformation rend possible le transfert sur la plaquette d'une masse de liant $m_p(t)$ grâce à des contraintes interfaciales. Amziane et al. [AMZ 08] ont montré que la création de ces contraintes est due à l'évolution du seuil de cisaillement de la pâte au cours de la prise. Selon eux, la contrainte de cisaillement maximum qui peut être atteinte à un instant t correspond au seuil de cisaillement.

Il convient de souligner que **le dispositif décrit en Figure III. 25a mesure une valeur $-m_p(t)$** lorsque la plaque est introduite et maintenue immobile dans la pâte en structuration. Cela est dû à la disposition de la balance, placée sous le récipient, qui mesure une diminution de masse lorsqu'une part de la masse initiale de l'ensemble du liant et du récipient est transférée à la plaque. Le bilan des forces exercées qui aurait pu être fait est inverse mais moins explicite que celui décrit en Figure III. 25b.

L'évolution des contraintes de cisaillement est directement reliée par l'expression suivante :

$$\Delta m_p(t) = m_p(t) - m_{\text{P-AIR}} = \frac{1}{g} (F_{\text{Archimède}} - F_{\text{Cisaillement}}) \quad \text{Eq. III. 16.}$$

Amziane et al [37] rapportent que le problème peut être considéré comme unidimensionnel et que les hétérogénéités apparaissent uniquement dans la direction verticale \vec{z} :

$$\Delta m_p(t) = \frac{2(l+e)}{g} \int_0^H \tau(z,t) dz \cdot l \cdot e \int_0^H \rho_L(z,t) dz \quad \text{Eq. III. 17.}$$

✂ $\tau(z,t)$: Contrainte de cisaillement s'exerçant sur une hauteur z sur tout le périmètre de la plaquette ;

✂ ρ_L : Masse volumique de la pâte.

L'expression de la contrainte de cisaillement à l'interface liant/particule en fonction du temps qui s'applique à une plaque immergée peut ainsi être définie :

$$\tau(t) = \frac{g}{2} \left(\frac{\Delta m_p(t)}{h(l+e)} - \frac{l \cdot e \cdot \rho_L}{l+e} \right) \quad \text{Eq. III. 18.}$$

II.1.2. Analyse des courbes de référence

Les courbes d'évolution des contraintes interfaciales peuvent être reliées avec celle du test intrusif de l'aiguille Vicat [SLE 10]. Ainsi, on observe trois phases principales (cf. Figure III. 26):

✂ **Période dormante (0 - 6h)**: il s'agit de la période d'initiation des réactions chimiques successives décrites au Chapitre V. S'étalant de 0 à 6h pour le liant élaboré, la période dormante permet aux ions calcium, hydroxydes, silico-aluminates et sulfates de passer en solution. Cette période est nettement plus longue que pour les ciments Portland car l'attaque alcaline de la ponce est un processus lent;

✂ **Période de prise (6 - 30h)**: la formation des hydrates pouzzolaniques et de l'ettringite est enclenchée en surface des grains. Le matériau se structure progressivement. Notons que contrairement au ciment Portland, cette réaction s'effectue sans dégagement de chaleur, l'hydratation étant ici due à une réaction pouzzolanique lente;

✂ **Période de durcissement (à partir de 30h)**: les grains réactifs de ponce sont recouverts d'une couche d'hydrates ce qui ralentit le processus de prise. La formation de nouvelles phases liantes s'effectue par diffusion de l'eau ionisée dans les pores des hydrates formés.

Les résultats montrent que les étapes de ce processus sont similaires pour une plaquette de chanvre ou de tournesol. Néanmoins, une différence non négligeable des contraintes reportées sur les plaquettes est visible. Il convient donc d'approfondir ce phénomène.

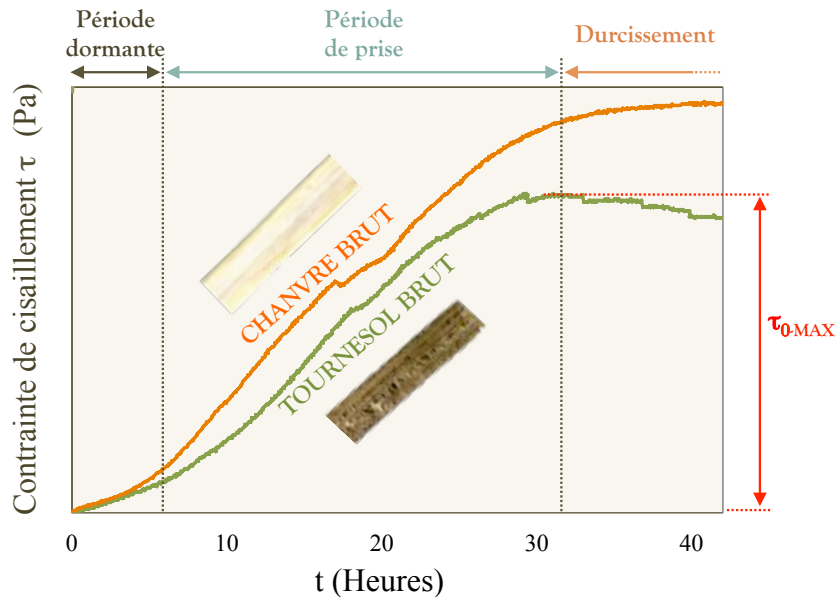


Figure III. 26. Développement des contraintes de cisaillement interfaciales au cours du temps autour de plaquettes de chanvre et de tournesol brutes.

II.1.3. Influence du retrait du liant

De précédents travaux [AMZ 08] ont démontré l'influence du seuil de cisaillement d'une pâte cimentaire sur les contraintes de cisaillement interfaciales générées sur une plaque rugueuse immergée. Si l'on prend le cas d'une surface lisse n'offrant pas de possibilités d'accroche mécanique, d'autres phénomènes entrent de fait en jeu.

Lors de sa structuration pendant la prise, le liant subit plusieurs types de retrait : endogène, chimique et de dessiccation [LOU 00, MOU 03]. L'utilisation d'un film plastique en surface de la pâte permet de considérer le retrait de dessiccation comme négligeable. Dès lors, si l'on compare le retrait endogène avec la courbe de création des contraintes interfaciales, de fortes similitudes sont visibles (cf. Figure III. 27). Ainsi le retrait de la pâte est-il initié après 5 à 6 heures, c'est-à-dire à la fin de la période dormante. Il se poursuit au-delà de 48 heures même si un ralentissement est visible après 30 heures, soit à la fin de la période dite de prise du liant.

Le résultat exposé en Figure III. 27 est celui obtenu avec une plaque en PVC ($60 \times 7 \times 2 \text{ mm}^3$) ne présentant pas d'accroche mécanique possible. La création des contraintes de cisaillement s'effectue donc dans ce cas grâce à la pression latérale générée par le retrait du liant sur la plaque. Ce processus n'explique cependant pas directement les différences de niveau de contraintes observées sur la Figure III. 26. Ces différences sont inhérentes à la façon dont ces contraintes vont être reportées grâce à des ponts mécaniques, des liaisons hydrogène et physico-chimique ou encore des forces de capillarité.

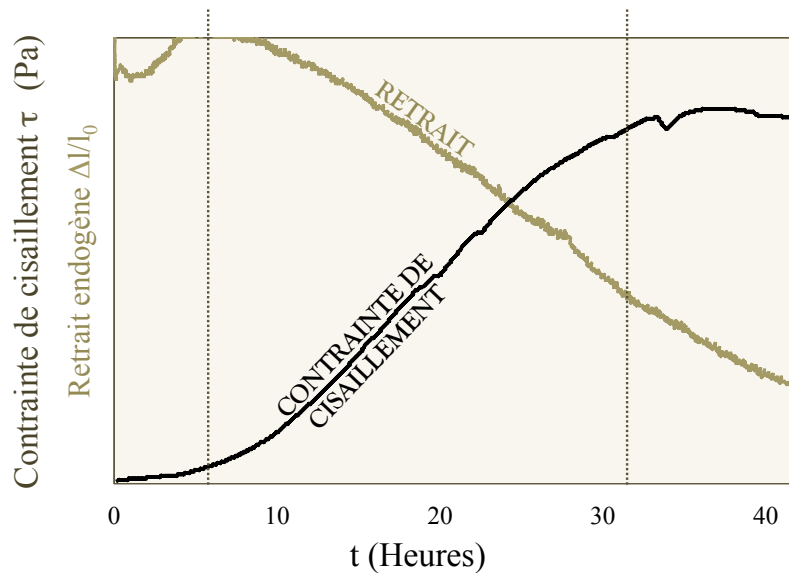


Figure III. 27. Développement des contraintes de cisaillement interfaciales au cours du temps autour d'une plaquette lisse en PVC ($60 \times 7 \times 2 \text{ mm}^3$) comparé au retrait endogène du liant.

II.2. MESURE DE L'ADHESION INTERFACIALE

II.2.1. Phénomènes entrant en jeu

La technique de la plaque immergée, qui rappelle par de nombreux aspects la lame de Wilhelmy décrite au Chapitre III : I.2.4.a. L'objectif fixé est de relier les caractéristiques physico-chimiques des particules traitées déterminées précédemment avec la création des contraintes interfaciales entre la plaque et le milieu environnant. Si le comportement de ce milieu, la pâte de liant, est considéré comme identique à toutes les expériences, les plaquettes lignocellulosiques sont elles soumises à différents traitements ou prémouillage. L'effet de ces modifications des plaquettes peut influencer de différentes manières sur l'adhésion à court terme (cf. Chapitre II : I):

- ✂ **Accroche mécanique** : dépôts de surface, défibrage... ;
- ✂ **Liaisons hydrogènes** : elles influent notamment sur la mouillabilité;
- ✂ **Liaisons physiques d'attraction** (Van Der Waals) ;
- ✂ **Echanges d'eau par capillarité et filtration** ;
- ✂ **Diffusion de particules à l'interphase.**

II.2.2. Effet du prémouillage des particules

Un récapitulatif des études ayant été menées sur le prémouillage des particules végétales avant la mise en contact avec le liant est effectuée au Chapitre II:III.1.1. Les

modifications engendrées par ce prémouillage sur une particule végétale poreuse sont les suivantes :

- ❧ **Présence d'eau en surface** : modification des liaisons physico-chimiques et hydrogènes;
- ❧ **Présence d'eau dans la porosité** : Ralentissement des phénomènes de succion par capillarité ;
- ❧ **Gonflement et modification des propriétés mécaniques** : toute matière lignocellulosique possède une forte aptitude à intégrer des molécules d'eau dans sa structure ce qui génère un important gonflement (cf. §I.3.2.a) couplé à une chute des propriétés mécaniques engendrant une importante déformabilité [ROW 05].

Sur la base de ces observations, différents temps de prémouillage et donc différentes teneurs en eau des plaquettes lignocellulosiques ont été expérimentées. Les courbes de mesure reportées sur la Figure III. 28 correspondent à la moyenne de 3 essais réalisés sur des plaquettes de dimension 60x7x[2-3]mm³. La Figure III. 28a montre l'aptitude de prémouillages légers, correspondant à des teneurs en eau de 40% et 75% respectivement pour les plaquettes de chanvre (Ch-P5min) et de tournesol (Tr-P5min), à augmenter les contraintes de cisaillement à l'interface.

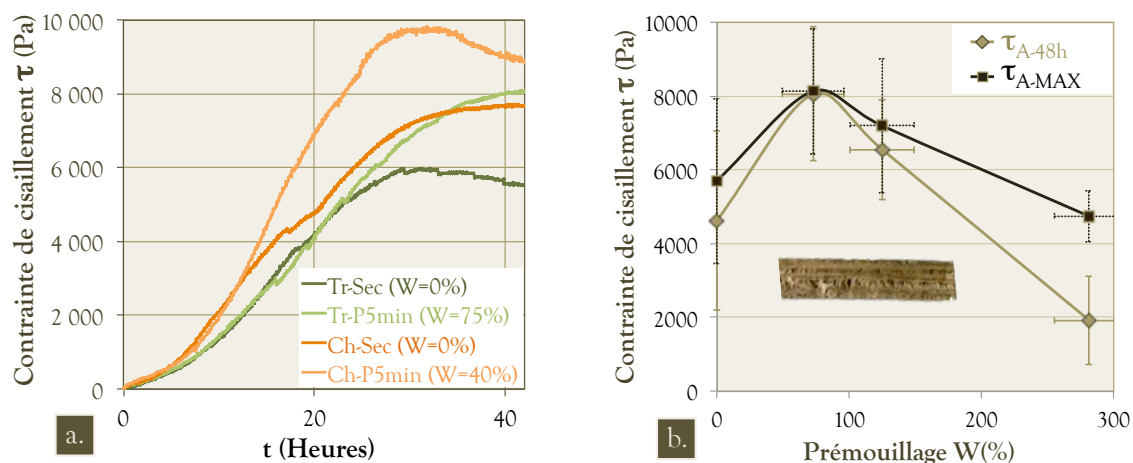


Figure III. 28. Courbes de développement des contraintes interfaciales comparant des plaquettes de tournesol et de chanvre sèches et prémouillées pendant 5 minutes (a). Effet de la quantité d'eau de prémouillage sur les contraintes de cisaillement maximum τ_{A-MAX} et après 48 heures τ_{A-48h} développées pendant le test.

Une analyse plus large est réalisée sur les particules de tournesol pour des quantités d'eau de prémouillage de 75, 125 et 280%, obtenues à partir des courbes d'absorption/adsorption en eau de plaquettes (cf. §I.3.2). Les courbes visibles sur le graphique Figure III. 28b démontrent qu'il existe un optimum d'adhésion permettant d'atteindre des contraintes interfaciales d'environ 8000 Pa. Ce type de graphique en cloche décrivant la performance de l'adhésion a déjà été tracé par Groot et al. [GRO 99]

quant à l'adhésion d'un mortier sur un support poreux. L'optimum du graphique est atteint pour un taux massique d'eau de prémouillage compris entre 75 et 125% par rapport à la masse de la particule. Il permet également une stabilité dans le temps puisque le maximum de contraintes des courbes (τ_{A-MAX}) et les contraintes mesurées après 48 heures de test (τ_{A-48H}) sont proches au niveau de cet optimum. En revanche, spécialement pour le prémouillage de 280%, une importante chute des contraintes interfaciales est observée après le maximum.

II.2.3. Effet des traitements

II.2.3.a. Evolution des contraintes interfaciales d'adhésion

L'observation des courbes d'évolution des contraintes interfaciales obtenues avec des particules traitées laisse apparaître deux tendances (cf. Figure III. 29) :

✂ **Traitement à la chaux** : Une nette amélioration de l'adhésion entre les particules de chanvre et de tournesol traitées à la chaux (Ch-Ca et Tr-Ca) et le liant. Cet effet est plus marqué avec les particules de tournesol. Après avoir atteint la période de durcissement (30h), synonyme de fin de la période de restructuration de la pâte, **les contraintes interfaciales sont maintenues jusqu'à la fin des 48 heures.**

✂ **Traitement à l'huile de lin** : Une nette diminution de l'adhésion entre les particules de chanvre et de tournesol traitées à l'huile de lin (Ch-Hl et Tr-Hl) et le liant. Cet effet est plus marqué avec les particules de chanvre. Après environ 20 heures de mise en contact, la contrainte de cisaillement τ_{A-MAX} est atteinte et une diminution progressive de ces contraintes est amorcée. **L'adhésion interfaciale est donc plus faible et moins stable dans le temps.**

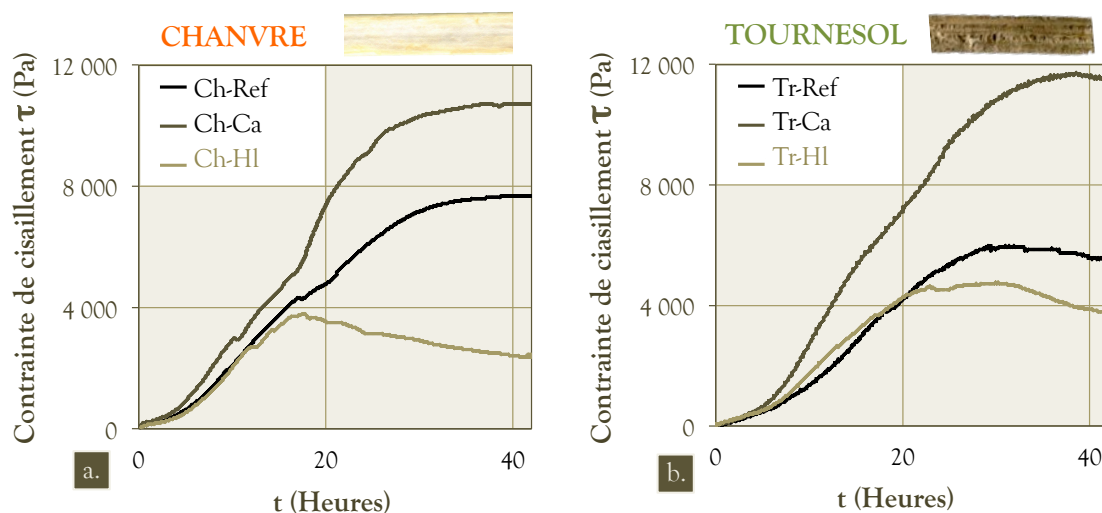


Figure III. 29. Courbes de développement des contraintes interfaciales pendant les 40 premières heures comparant des plaquettes traitées de chanvre (a) et de tournesol (b).

II.2.3.b. Estimation de la contrainte interfaciale à rupture par un test de pull-out

Après 48 heures de test, **un essai qualitatif de pull-out** a été réalisé avec le dispositif de la plaque immergée. Il a consisté à relever progressivement la plaquette végétale immergée selon l'axe z jusqu'à rupture de l'interface. Il convient de noter que les essais de pull-out réalisés sur des matériaux naturels comme les plaquettes de chanvre et de tournesol sont entachés d'une variabilité extrêmement importante. La précision de la mesure n'est donc le facteur le plus important à prendre en compte. Il est en revanche indispensable **d'effectuer cette mesure sur 5 plaquettes au minimum**, pour chaque configuration. C'est ce qui a été fait pour les résultats présentés en Figure III. 30.

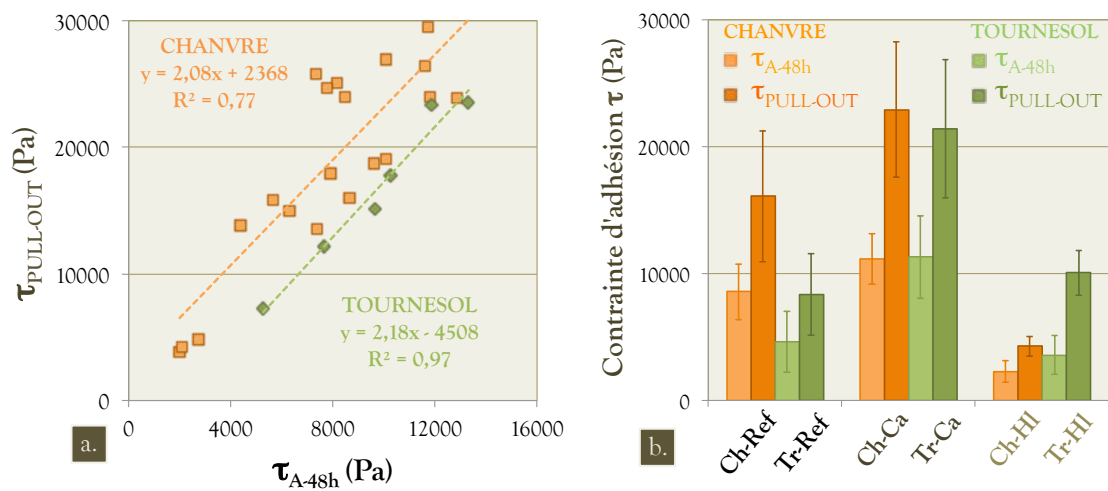


Figure III. 30. Relation entre la contrainte de cisaillement autour de la plaquette τ_{A48h} et la contrainte d'arrachement de la plaquette après 48 heures de test $\tau_{PULL-OUT}$ (a). Comparaison des valeurs de τ_{A48h} et $\tau_{PULL-OUT}$ pour des plaquettes de chanvre et de tournesol traitées et non traitées (b).

La Figure III. 30a correspond au tracé de la contrainte $\tau_{PULL-OUT}$ en fonction de la contrainte d'adhésion τ_{A48h} relevée juste avant la réalisation de l'essai de pull-out. Il est intéressant de voir qu'une relation linéaire relie ces deux mesures, ce qui permet de confirmer que la contrainte τ_{A48h} est une grandeur qualitative de l'adhésion entre la plaquette et le liant. Cette relation est vérifiable aussi bien avec les plaquettes de chanvre que de tournesol. Sur les mesures effectuées, le rapport $\tau_{PULL-OUT} / \tau_{A48h}$ est globalement égal à 2, ce qui permet d'atteindre une contrainte de cisaillement supérieure à 20kPa pour les particules traitées à la chaux.

II.3. TABLEAU RECAPITULATIF ET DISCUSSION

Ce paragraphe relate la mise au point et la validation d'une expérience simple permettant le suivi au cours du temps du développement des contraintes interfaciales entre une plaque et un liant minéral en structuration. Il a été montré que les contraintes de cisaillement mesurées sont dues à la structuration de la pâte, mais aussi à l'adhésion entre la surface de la plaque immergée et cette même pâte. Cet essai a permis de tester l'influence des traitements à la chaux et à l'huile de lin effectués sur des particules de tournesol et de chènevotte.

Les résultats, répertoriés dans le Tableau III.7, soulignent l'aptitude du traitement à la chaux à améliorer l'adhésion entre les particules végétales et le liant, les contraintes τ_{A48h} et $\tau_{PULLOUT}$ étant augmentées de 40 et 150% respectivement pour le chanvre et le tournesol. Le traitement par recouvrement d'huile de lin a en revanche un impact négatif sur la création des contraintes interfaciales. Les contraintes τ_{A48h} et $\tau_{PULLOUT}$ sont ainsi diminuées de 20 à 70% respectivement pour le tournesol et le chanvre. Ces résultats mettent en lumière le travers qui consiste à hydrophober une particule végétale au détriment de la mouillabilité, processus à la base de l'adhésion.

L'impact des traitements sur la création de l'interface végétal/liant à moyen terme étant maintenant connu, l'étape suivante nécessite une observation de cette interface à plus long terme ce qui est effectué après 60 jours dans le paragraphe qui suit.

Tableau III. 7. Récapitulatif et comparaison des contraintes de cisaillement interfaciales à 48 heures τ_{A48h} et maximales lors d'un test de pull-out $\tau_{PULLOUT}$.

Nom de l'échantillon	τ_{A48h} [kPa]	$\Delta\tau_{A48h}$ [%]	$\tau_{PULLOUT}$ [kPa]	$\Delta\tau_{PULLOUT}$ [%]	G_{T48h} [%]
BETONS DE CHANVRE					
Ch-Ref	8,6 ±2,2*	-	16 ±5,1*	-	6,9 ±1,3*
Ch-Ca	11,2 ±1,9	+30,3	22,9 ±5,3	+42,6	3,2 ±1,3
Ch-HI	2,3 ±0,6	-73,5	4,3 ±0,8	-73,4	5,5 ±1,3
BETONS DE TOURNESOL					
Tr-Ref	4,6 ±2,4	-	8,3 ±3,2	-	5,8 ±4,7
Tr-Ca	11,3 ±3,2	+144	21,4 ±5,4	+156,2	4,5 ±3,7
Tr-HI	3,6 ±1,5	-22,6	10,1 ±1,8	+20,4	4,1 ±2,3

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

III. EFFET DES TRAITEMENTS SUR L'INTERFACE LIANT/PARTICULE VEGETALE

La partie bibliographique de ce document a permis de souligner que les agrobétons représentent un problème d'interfaces ou interphases généralisé. Dès lors que les concentrations en végétal deviennent importantes, les joints ou ponts de liant entre les particules s'avèrent très minces et de fait difficile à analyser. Le parti pris pour cette étude a été de réaliser des éprouvettes permettant de voir l'influence d'une particule végétale isolée, traitée ou non, sur la structure et la composition de l'interphase formée avec le liant élaboré.

III.1. PREPARATION DES EPROUVETTES

III.1.1. Coulage et conservation des éprouvettes

Les éprouvettes mises en forme pour les analyses interfaciales sont réalisées en introduisant une particule isolée dans la pâte de liant (rapport E/L=0,5) fraîchement préparée sous vibration (cf. Figure III. 31). Elles sont ensuite placées sous plastique pendant 60 jours afin de maintenir des conditions de cure endogènes. Il sera considéré que la taille des éprouvettes est suffisante pour ne pas générer de surconcentration d'extractibles autour de l'interface.

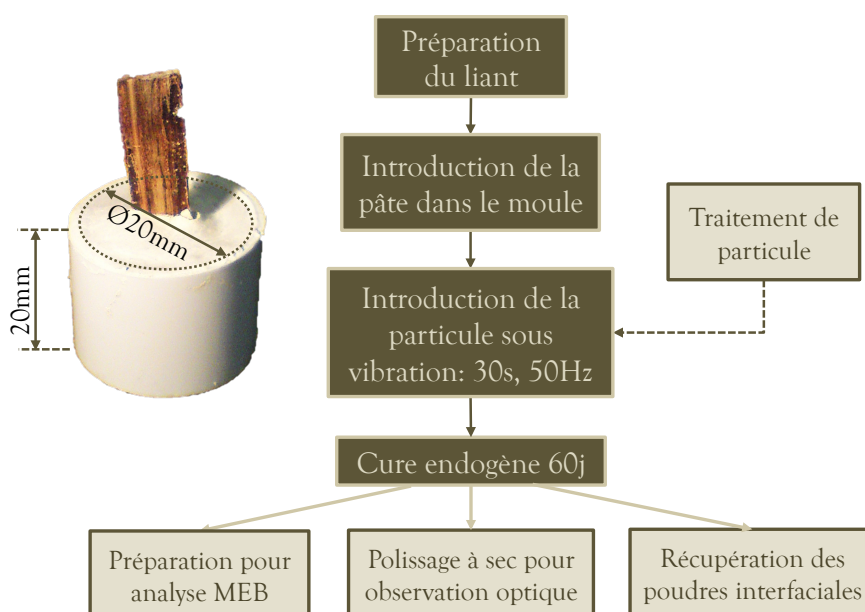


Figure III. 31. Description de la mise en forme et de la conservation des éprouvettes pour les analyses interfaciales.

III.1.2. Préparation de plots résinés pour le MEB

Nous avons vu précédemment l'aptitude importante des particules végétales, même traitées, au gonflement (cf. §I.3.2.a). Il s'agit là d'une propriété difficile à maîtriser lorsque l'on souhaite préparer des éprouvettes en phase aqueuse, notamment lors d'une découpe ou d'un polissage. Par ailleurs, l'eau contenue dans le liant peut s'avérer problématique pour atteindre le vide secondaire nécessaire aux observations. La limitation de la quantité de liant dans le plot est dès lors une étape importante. Afin de limiter au maximum ces problèmes, une séquence de préparation spécifique a été utilisée (cf. Figure III. 32). Les deux résinages successifs sont importants car la bonne pénétration de la résine conditionne la préservation de l'interface liant/particules.

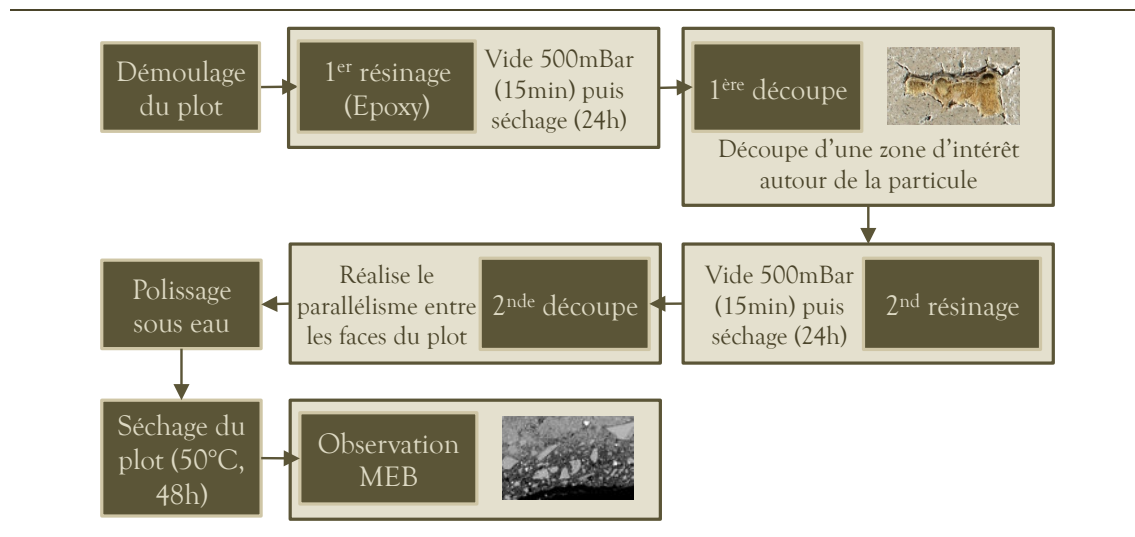


Figure III. 32. Séquence de préparation des plots pour les analyses au MEB.

III.2. OBSERVATION ET ANALYSE DE L'INTERPHASE

III.2.1. La zone de transition interfaciale ou zone affectée

Il convient de définir préalablement aux observations certains termes qui décrivent l'interface ou l'interphase liant/particule. La **zone de transition interfaciale (ZTI)** est ainsi utilisée sous la forme anglaise Interfacial Transition Zone ou ITZ [OLL 95, SAV 99, DIA 01] dans bon nombre de travaux sur les bétons. Rappelons que l'analyse détaillée de cette littérature a fait l'objet du §II.2 dans le Chapitre II. La ZTI rapportée par ces travaux, consacrés aux bétons classiques, concerne le ciment autour des granulats intégrant des gradients de porosité ou de concentration en produits d'hydratation [OLL 95]. Dans notre cas, les grandes variations volumiques que peuvent subir les particules végétales sont à l'origine d'une **zone de vide ou gap** autour de la particule (cf. Figure III. 33). La ZTI sera dans notre cas définie comme l'ensemble de cette zone de vide et de la **matrice dite affectée (MA)**.

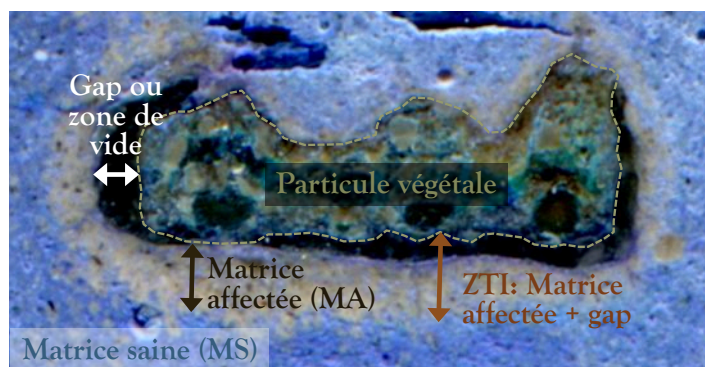


Figure III. 33. Définition des différents termes inhérents à l'observation de la Zone de Transition Interfaciale

III.2.2. Observation mésoscopique de la ZTI

Il convient de distinguer en premier lieu, comme cela a été le cas lors de l'observation des particules végétales, l'interphase entre le liant et les faces internes et externes des particules. On observera donc deux types de matrices dites affectées :

- ✂ MAI : Matrice Affectée en face Interne ;
- ✂ MAE : Matrice Affectée en face Externe.

De manière générale, et ce peut importe la nature du végétal ou le traitement, **un décollement se produit entre la face externe et la matrice lorsque la particule se rétracte** (lors du séchage de l'échantillon) (cf. Figure III. 47). On voit alors se former une zone de gap (visible en noir mais parfois de couleur grise en raison de la résine) qui varie entre 20 et 200 μ m. Aucun des traitements réalisés ne permet de s'affranchir de ce problème. L'accroche mécanique et physico-chimique entre le liant et la surface de la particule est donc trop faible pour résister à une rétraction structurale de la particule.

Quelques distinctions peuvent en revanche être effectuées quant à la taille et l'homogénéité de la bande de matrice affectée. La encore, la matrice en contact avec la face intérieure **MAE est globalement plus affectée**. Ainsi, pour l'échantillon Ch-Ref (cf. Figure III. 34a), une bande de MAE d'une épaisseur de 50 à 100 μ m est visible tandis que la matrice ne semble pas affectée en face intérieure. Ce résultat est globalement le même pour la particule de tournesol Tr-Ref (cf. Figure III. 34d).

Les éprouvettes incluant des particules traitées à la chaux donnent des résultats quelque peu différents. La particule Ch-Ca (cf. Figure III. 34b) est ainsi désolidarisée de la matrice aussi bien sur la face extérieure que la face intérieure. La matrice semble très peu affectée en face intérieure (MAI) tandis que la MAE est de même largeur qu'avec l'échantillon de référence, de fines fissures étant néanmoins visibles. L'éprouvette Tr-Ca (cf. Figure III. 34e) présente des fissures encore plus larges et un aspect faïencé par endroits. En revanche, le gap et la MAE sont moins larges et apportent visiblement une amélioration par rapport à la référence Tr-Ref.

Le traitement à l'huile de lin sur les particules de chanvre ne change pas, à la vue de la Figure III. 34c, la taille du gap ni la taille de la MAE. Des fissures larges en coin et plus fines le long de l'interface apparaissent cependant. Ce même traitement à une influence négative sur l'interface entre une particule de tournesol et le liant (cf. Figure III. 34f). Si la largeur du gap reste constante, une importante augmentation de celle de la MAE est visible ($\approx 250\mu\text{m}$), couplée à l'apparition de larges fissures perpendiculaires à la surface de la particule.

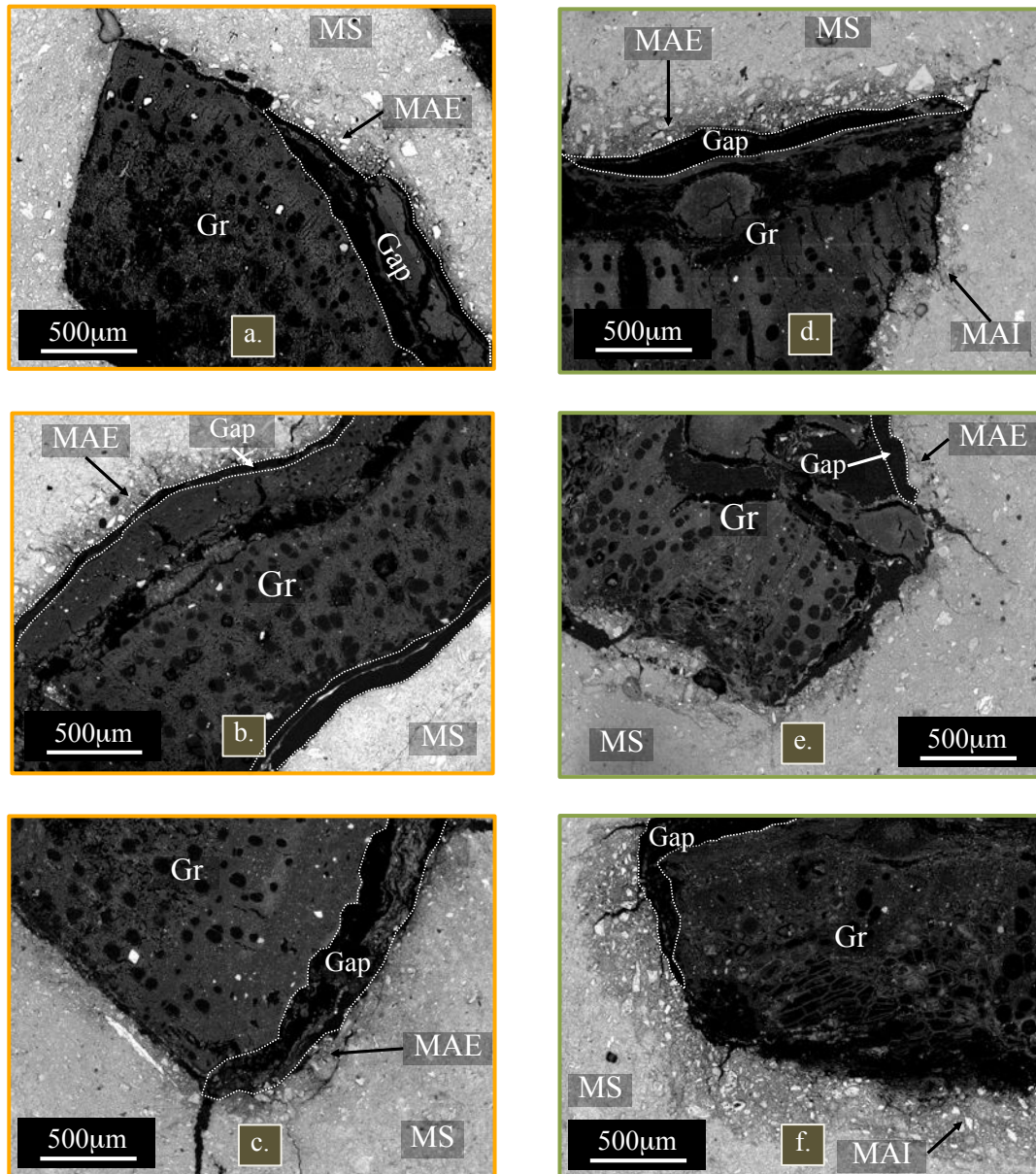


Figure III. 34. Observation au MEB en électrons rétrodiffusés de la zone de transition interstitielle entre une particule de chanvre (brute (a), traitée à la chaux (b) et traitée à l'huile de lin (c)) ou de tournesol (brute (d), traitée à la chaux (e) et traitée à l'huile de lin (f)) et le liant pouzzolanique élaboré après 60 jours en conditions endogènes. Gr : Granulat, MS : Matrice saine, MAE : Matrice affectée côté épiderme, MAI : Matrice affectée côté intérieur.

III.2.3. Observation et analyse microscopique de la matrice affectée (MA)

III.2.3.a. Un double gradient de porosité et de concentration en calcium

Une observation couplée aux EDX permet d'identifier que la MAE est constituée d'un double gradient entre la matrice saine et la particule de chènevotte (cf. Figure III. 37) :

- ✎ **Gradient de porosité** croissant à l'approche de la particule ;
- ✎ **Gradient de concentration en calcium** croissant à l'approche de la particule. Ce gradient est observable sur les lignes de profil tracé au cœur de la MAE et sur le mapping élémentaire en calcium.

Il est intéressant de remarquer que si l'on observe un gradient de calcium, ce n'est pas le cas pour le silicium. Deux raisons peuvent être avancées. Tout d'abord, la taille des particules. L'analyse en granulométrie laser des poudres minérales a en effet montré que la granulométrie médiane de la chaux (52 μ m) est inférieure à celle de la ponce broyée (75,7 μ m). La mobilité de ces particules est alors augmentée si l'on se réfère à l'équation de Stokes-Einstein définie au Chapitre II.

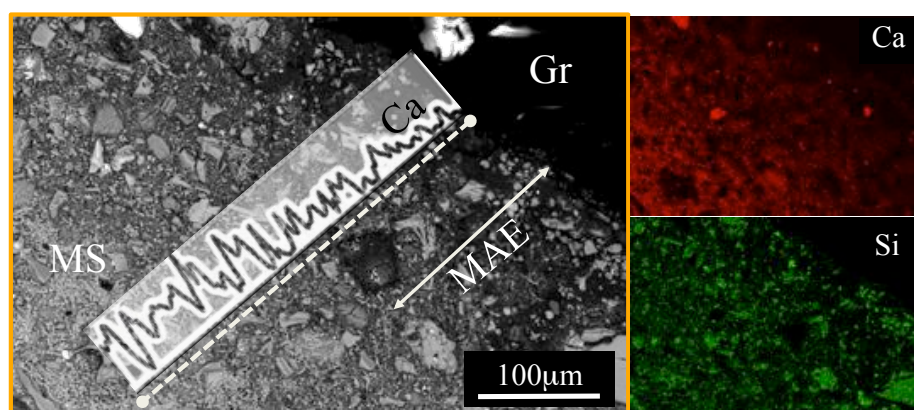


Figure III. 35. Observation au MEB en électrons rétrodiffusés et analyse EDX de l'interface entre une particule de chanvre brute Ch-Ref et le liant pouzzolanique élaboré après 60 jours en conditions endogènes. Gr : Granulat, MS : Matrice saine, MAE : Matrice affectée côté épiderme.

D'autre part, l'hydrolyse de la chaux ayant court de façon quasi instantanée lors de la mise en contact de la ponce et de la chaux engendre la saturation de l'eau interstitielle en ions Ca^{2+} . Ces ions Ca^{2+} sont à même d'être transportés en même temps que le fluide mais également de diffuser en son sein par osmose, créant ainsi un gradient de concentration. On retrouve d'ailleurs un gradient de calcium inversé dans la particule de chènevotte où la concentration décroît en s'éloignant de l'interface (cf. Figure III. 36b). Ce gradient est visible sur l'image sur l'analyse EDX sur une épaisseur de 200 μ m environ. Il y a donc une corrélation évidente entre la migration du calcium, sous forme ionique ou particulaire, observée dans la matrice affectée et l'enrichissement qui

s'effectue dans la particule. Nous sommes donc bien en face d'un phénomène d'osmose entre ces deux entités.

Le gradient de porosité peut lui être attribué à deux phénomènes :

✂ Le « **wall effect** » (cf. Chapitre I:II.2.3) observé autour des granulats minéraux des bétons classiques qui est en fait une barrière aqueuse entre le liant et les granulats, engendrant une porosité accrue [SCR 96, SAV 99, LO 04]. Cette hypothèse apparaît envisageable dès lors que la surface de la particule est relativement hydrophobe (cf. §I.3.1);

✂ L'**absorption par capillarité** dans la structure végétale de particules fines de la matrice, notamment les plaquettes de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, laissant place à des vides. Cette hypothèse est cohérente avec l'observation des gradients de calcium dans le liant (cf. Figure III. 37) et dans la particule de chènevotte (cf. Figure III. 36b).

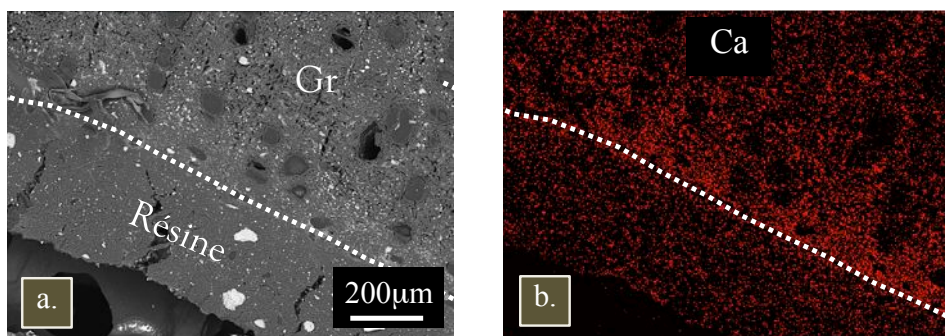


Figure III. 36. Observation au MEB en électrons rétrodiffusés (a) et analyse EDX de l'élément calcium (b) sur une particule de chènevotte préalablement immergée 60 jours dans le liant de référence en conditions endogènes. Gr : Granulat, MS : Matrice saine, MAE : Matrice affectée côté épiderme.

III.2.3.b. Interfaces liant/chanvre après traitements

La comparaison des ZTI créées autour des particules de chènevotte des échantillons Ch-Ca et Ch-HI apporte peu d'informations supplémentaire. L'unique observation qui peut être faite est que ni l'un ni l'autre de ces traitements n'apporte de changement par rapport à Ch-Ref (cf. Figure III. 35). Au mieux peut-on remarquer une diminution de la largeur de la bande du gradient en calcium sur l'échantillon Ch-Ca ($\approx 100\mu\text{m}$).

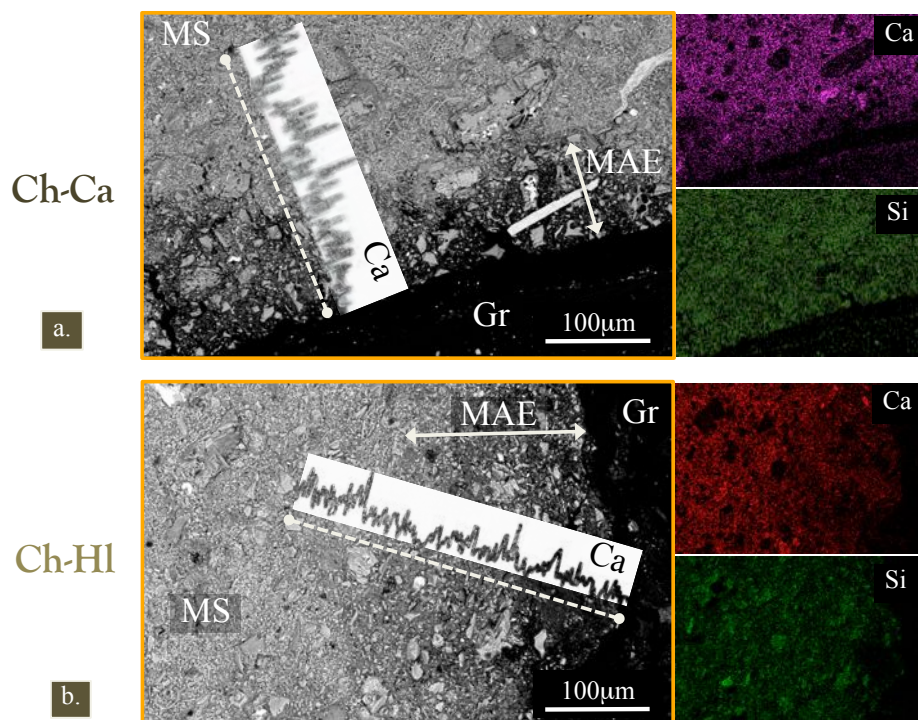


Figure III. 37. Observation au MEB en électrons rétrodiffusés et analyse EDX de l'interface entre une particule de chanvre (traitée à la chaux (a) et traitée à l'huile de lin (b)) et le liant pouzzolanique élaboré après 60 jours en conditions endogènes. Gr : Granulat, MS : Matrice saine, MAE : Matrice affectée côté épiderme.

III.2.3.c. Interfaces liant/tournesol après traitements

Le comportement des particules de tige de tournesol immergées dans le liant est comparable à celui de la chènevotte (cf. Figure III. 38). Ainsi le double gradient de porosité et de concentration en calcium observé dans le § précédent est à nouveau visible. Aux abords de l'interface, une microporosité circulaire d'environ 5 à 10μm de diamètre apparaît dans la MAE de l'échantillon Tr-Ref. La largeur de cette MAE est d'environ 200μm (cf. Figure III. 38a). Le traitement préalable de la particule dans la solution de chaux est à l'origine d'un net recul de la largeur de MAE, qui s'établit autour de 100μm, le gradient de calcium s'étalant seulement sur 50μm environ (cf. Figure III. 38b). L'angle de contact plus faible observé sur les particules Tr-Ca (cf. SI.3.1), pourrait être à l'origine de cette amélioration en évitant le wall-effect.

A l'inverse, le traitement à l'huile de lin a un effet négatif sur la qualité de la MAE, sa largeur étant largement augmentée (250μm) et parcourue de fissures partant de la particule végétale (cf. Figure III. 38c). A l'inverse du traitement à la chaux, l'hydrophobisation de la particule par une pellicule d'huile de lin pourrait être à l'origine de cet accroissement de la largeur de MAE en accentuant l'effet de mur.

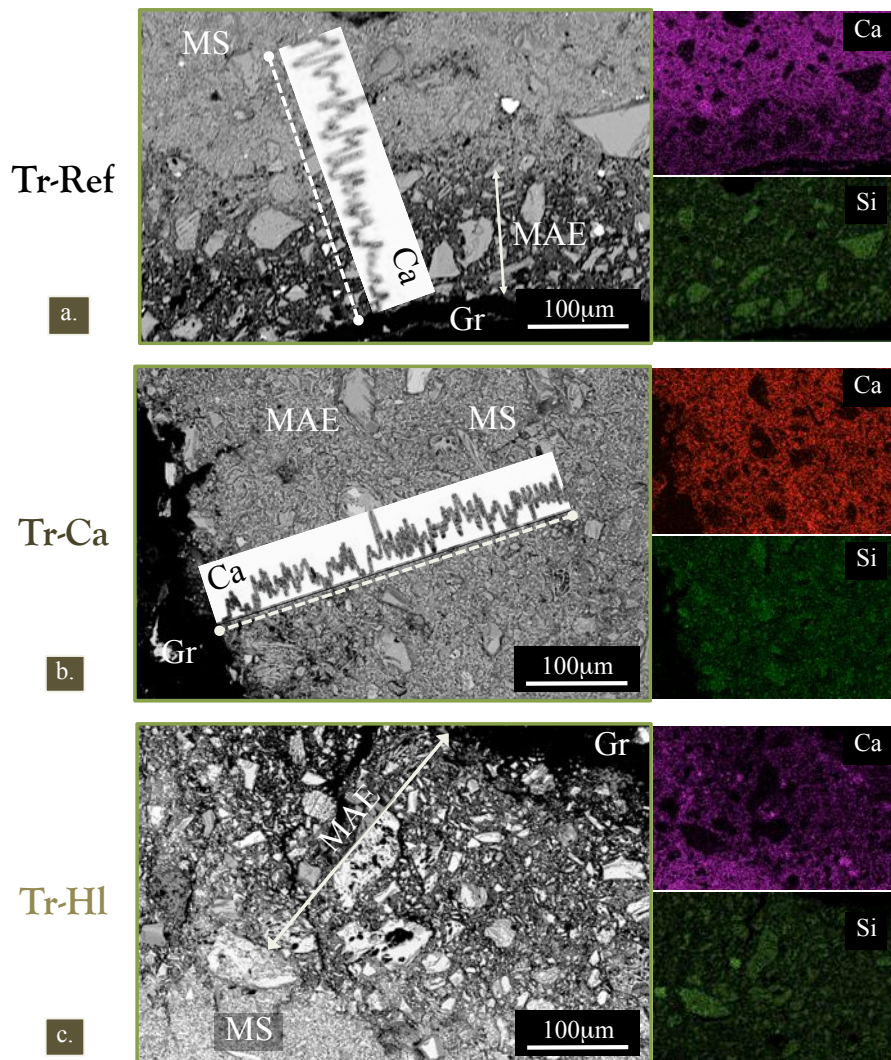


Figure III. 38. Observation au MEB en électrons rétrodiffusés et analyse EDX de l'interface entre une particule de tournesol (brute (a), traitée à la chaux (b) et traitée à l'huile de lin (c)) et le liant pouzzolanique élaboré après 60 jours en conditions endogènes. Gr : Granulat, MS : Matrice saine, MAE : Matrice affectée côté épiderme.

III.3. ANALYSE DES PRODUITS DE LA MATRICE AFFECTEE

L'analyse des produits récupérés à l'interphase des échantillons préparés au §III.1.1 est ici rapporté à titre indicatif. En effet, au vu de la complexité de la zone interfaciale et de la difficulté de maîtriser réellement la zone et les quantités prélevées de matrice affectée, la représentativité des analyses peut être mise en cause.

III.3.1. Analyse en diffraction X des produits formés

L'analyse DRX des produits prélevés au niveau de la matrice affectée permet de faire plusieurs distinctions avec la matrice saine (cf. Figure III. 39). Tout d'abord, le pic caractéristique des CSH ($2\theta=29,5^\circ$, $d=3,03\text{\AA}$) est diminué, laissant supposer une hydratation moins avancée. Le spectre de l'échantillon Tr-HI est celui pour lequel cette diminution est la plus marquée. La présence des pics de la Portlandite vient abonder dans le sens d'une hydratation moins avancée dans l'auréole de transition.

Si une distinction peut être faite entre la matrice saine (MS) et les prélèvements effectués dans la matrice affectée (MA), il est plus difficile d'apprécier l'effet des traitements préalables des particules. Une analyse en ATG complémentaire a donc été menée pour apporter une information qualitative plus précise.

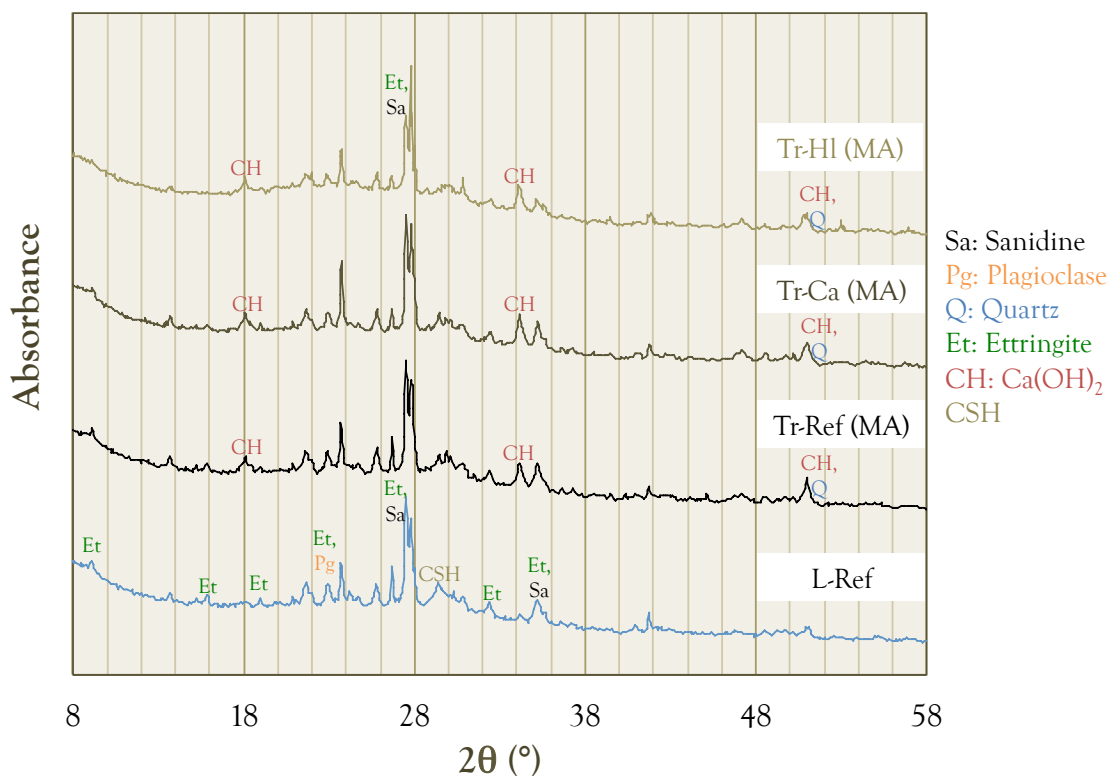


Figure III. 39. Spectres DRX des poudres prélevées dans la matrice saine L-Ref et dans les matrices affectées des échantillons Tr-Ref, Tr-Ca et Tr-HI.

III.3.2. Analyse thermogravimétrique des produits formés

L'analyse thermogravimétrique confirme la nette diminution de la quantité d'hydrates formés dans la matrice affectée (MA). La déshydroxylation des CSH, visible autour de 90°C (cf. Annexe B.6), perd environ 30% de hauteur de pic pour les MA des échantillons Tr-Ref et Tr-Ca par rapport à la matrice saine prélevée dans L-Ref. Cette chute est plus accentuée pour l'échantillon Tr-HI ($\approx 60\%$), ce qui confirme l'observation effectuée sur les spectres en DRX.

Le bruitage des courbes ne permet en revanche aucune interprétation cohérente dans la gamme de température 200-600°C. La Portlandite, repérée sur les spectres DRX, n'est ici plus présente. Par contre, une carbonatation des poudres prélevées dans la MA est visible au delà dans la plage de température 650-700°C. Cette carbonatation, qui n'apparaît pas sur les spectres DRX, est plus marquée sur les échantillons Tr-Ref et Tr-HI. Il s'agit d'une carbonatation de type III comme la définit Thiery [THI 05] qui correspond à des carbonates amorphes peu stables thermiquement et provenant de la carbonatation de la Portlandite et des CSH.

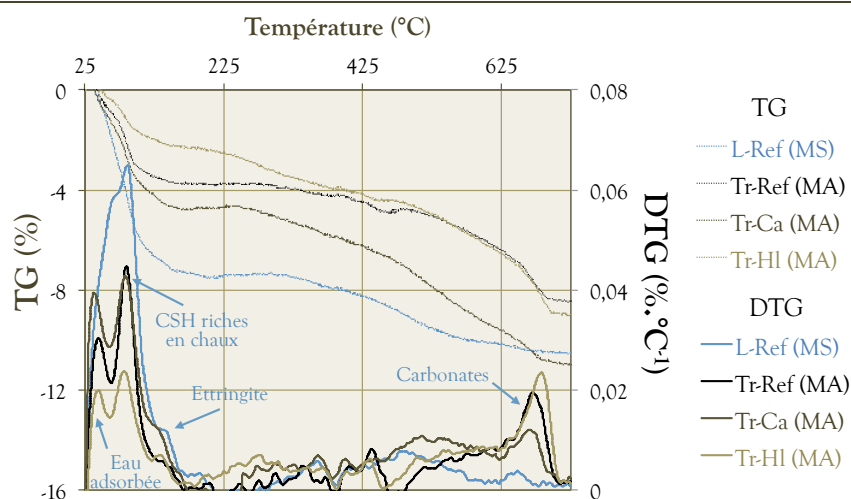


Figure III. 40. Courbes en TG/DTG des poudres prélevées dans la matrice saine L-Ref et dans les matrices affectées des échantillons Tr-Ref, Tr-Ca et Tr-HI.

III.3.3. Conclusions sur le prélèvement localisé des poudres

Les analyses sur poudres prélevées permettent de distinguer clairement la matrice affectée périphérique aux particules par rapport à une matrice dite saine. Néanmoins, il a été démontré dans les points précédents la présence d'un gradient de concentration en calcium dans la zone de transition interfaciale. De plus, la précision du prélèvement est un paramètre difficile à gérer. L'utilité des analyses réalisées doit donc être mise en cause, une analyse quantitative ou semi-quantitative étant rendue impossible. Ce type d'essais pourrait être mieux adaptées à un prélèvement global de la matrice d'échantillons massifs de bétons de végétaux. Ce point sera abordé au §IV.3.3.

III.4. TABLEAU RECAPITULATIF ET DISCUSSION

L'observation après 60 jours de cure endogène d'une particule isolée, de chanvre ou de tournesol, plongée dans le liant apporte de nombreuses informations. De façon générale, il se forme une Zone dite de Transition Interfaciale (ZTI) entre la particule et le liant. Cette ZTI est éventuellement composée d'une zone de vide ou gap, synonyme de décollement interfacial, et d'une zone de matrice affectée (MA) à la porosité et la composition modifiée. L'ensemble de la ZTI atteint par moment $500\mu\text{m}$ d'épaisseur, ce qui laisse présager de son impact sur des agrobétons à fort dosage volumique en particules lignocellulosiques.

La MA, observée au MEB auprès de l'épiderme des tiges de chanvre et de tournesol, présente un double gradient de concentration en calcium et de porosité. La concentration en calcium dans la MA diminue ainsi à l'approche de la particule végétale, tandis qu'elle augmente réciproquement sur $200\mu\text{m}$ dans la particule. Il se produit donc un phénomène d'osmose interfaciale guidé par les transferts de fluide par capillarité ainsi que par la diffusion des particules et ions calcium en solution. En parallèle, la porosité augmente à l'approche de l'interface pour deux raisons. La première correspond à la filtration des parties fines du liant en suspension dans le milieu interstitiel soumis à pression capillaire. La seconde explication est l'effet de mur, plusieurs fois observé sur des granulats classique hydrophobes [SCR 96, SAV 99, LO 04]. En effet, la diminution de l'angle de contact entre l'eau et l'épiderme de particules de tournesol traitées à la chaux, signe d'une mouillabilité accrue de cette surface, permet une nette diminution de la taille de la MAE.

Si l'on compare les interfaces observées après 60 jours et les mesures de contraintes interfaciales du paragraphe précédent, il existe une bonne cohérence. Ainsi, l'interface Tr-Ca qui améliorait largement l'adhésion jusqu'à 48h est aussi celle qui présente l'interface la moins affectée. De la même manière, l'huile de lin qui dégradait l'adhésion particule/liant est aussi à l'origine d'une dégradation après 60 jours de cure.

Tableau III. 8. Récapitulatif des caractéristiques de la ZTI autour de particules traitées.

Nom de l'échantillon	Gap (MAE*) [μm]	Gradient Ca (MAE) [μm]	Gradient porosité (MAE) [μm]	Fissuration
BETONS DE CHANVRE				
Ch-Ref	≈ 400	≈ 150	≈ 150	Fissure en coin
Ch-Ca	≈ 150	≈ 100	≈ 130	Fissures partant de l'interface
Ch-Hl	≈ 300	≈ 180	≈ 180	Fissure en coin et longeant l'interface
BETONS DE TOURNESOL				
Tr-Ref	≈ 100	≈ 130	≈ 180	Pas de fissures
Tr-Ca	≈ 100	≈ 50	≈ 120	Fissure en coin de particule
Tr-Hl	≈ 250	≈ 250	≈ 250	Fissures initiées à l'interface

* MAE : Matrice Affectée en Extérieur de particule

IV. CARACTERISTIQUES MULTI-PHYSIQUES D'AGROBETONS DE PARTICULES TRAITEES

L'objectif de ce paragraphe est de caractériser mécaniquement et thermiquement des agrobétons élaborés à partir de particules traitées à la chaux et à l'huile de lin. Un accent particulier sera apporté à l'analyse de l'interface grâce à des essais en compression dans les directions perpendiculaires et parallèles au compactage.

IV.1. FORMULATION ET SECHAGE DES EPROUVETTES

IV.1.1. Formulation des mélanges

S'il est une inconnue au début de cette phase, il s'agit sans doute de la capacité du granulat de tournesol à former des mélanges identiques à ceux réalisés avec la chènevotte. Force est de constater que leur comportement s'avère proche, tout du moins avec la formulation utilisée basée sur les recommandations de Construire en Chanvre pour une application mur [FFB 09] (cf. Tableau III. 9). Néanmoins, la masse volumique en vrac légèrement plus faible du granulat de tournesol a nécessité de viser une masse volumique fraîche introduite dans le moule légèrement plus faible (770kg.m^{-3} contre 800kg.m^{-3} pour le chanvre) (cf. Tableau III. 10).

Tableau III. 9. Rapports massiques caractéristiques de la formulation élaborée

Liant/Granulat L/G	Eau/Liant E/L	Eau pré mouillage/Granulat E _p /G	Eau gâchage/Liant E _G /L
2	1,06	1,25	0,5

Lors de la formulation, le facteur de recouvrement Φ_E des granulats dû au traitement à l'huile de lin a été pris en compte. Le parti pris a été de maintenir un rapport massique L/G constant entre le liant et le granulat brut dans chaque mélange. Dans le cas du traitement à la chaux, les facteurs de recouvrement étant très proches de 1, que ce soit pour le chanvre ou pour le tournesol, la formulation utilisée est restée identique à celle des bétons incorporant des granulats non traités.

Tableau III. 10. Récapitulatif des masses volumiques de chaque constituant dans les mélanges élaborés et masse volumique fraîche et sèche du béton visées.

Type de traitement	Nom de la formulation	Masse volumique des constituants [kg.m ⁻³]					Masses volumiques visées [kg.m ⁻³]	
		Liant	Granulat	E _P	E _G	Huile de lin	ρ _{AF-B}	ρ _{A0-B}
BETONS DE CHANVRE								
Brut	B-Ch-Ref	312,2	150,1	187,6	150,1	-	800	492,7*
Ca(OH) ₂	B-Ch-Ca	312,2	150,1	187,6	150,1	-	800	492,7*
Huile de lin	B-Ch-Hl	271,1	129	163	130,4	66,5	760	493,1*
BETONS DE TOURNESOL								
Brut	B-Tr-Ref	300,5	144,5	180,6	144,5	-	770	474,2*
Ca(OH) ₂	B-Tr-Ca	300,5	144,5	180,6	144,5	-	770	474,2*
Huile de lin	B-Tr-Hl	261,1	123	157	125,6	65,3	732	474,9*

*Estimation tenant compte d'une évaporation de 91% de l'eau de mélange

IV.1.1. Description des mélanges

Certaines caractéristiques observées lors de la préparation des mélanges sont détaillées dans le Tableau III. 11. Une interprétation basée sur l'aptitude au mouillage et au stockage d'eau en surface est effectuée ci-dessous.



Figure III. 41. Photographies de la surface des bétons de chanvre (B-Ch-Ref (a), B-Ch-Ca (b), B-Ch-Hl (c)) et de tournesol (B-Tr-Ref (d), B-Tr-Ca (e), B-Tr-Hl (f)).

Les mélanges de **particules traitées à la chaux** B-Ch-Ca et B-Tr-Ca montrent une plus grande cohésion couplée à une forte aptitude à la compaction. L'obtention des masses volumiques visées (B-Ch-Ca : 800kg.m^{-3} , B-Tr-Ca : 770kg.m^{-3}) lors de la mise en forme n'a donc nécessité qu'un **faible effort de compactage**. Dès lors, l'orthotropie du béton s'avère moins marquée mais le faible niveau de compactage laisse apparaître des défauts ponctuels. Les granulats de tournesol traités (B-Tr-Ca), dont la capacité d'absorption est apparue faible et l'adsorption de surface importante (cf. §I.3), conduisent à un mélange visiblement très humide.

De façon opposée, le mélange de particules traitées à l'huile de lin B-Ch-Hl est doté d'une faible capacité de cohésion et nécessite de plus grands efforts de compaction. Il en résulte une éprouvette nettement plus orientée.

Tableau III. 11. Caractéristiques des mélanges réalisés avec des granulats traités.

Nom de la formulation	Homogénéité	Texture, maniabilité	Aptitude au compactage	Aspect après démoulage
BETONS DE CHANVRE				
B-Ch-Ref	Homogène	Non collante, moyennement cohésive	Moyenne	Arrêtes nettes, surface homogène
B-Ch-Ca	Tendance à l'agglomération	Légèrement collante, très cohésive	Bonne	Surface inhomogène (trous) et rugueuse
B-Ch-Hl	Homogène	Non collante, non cohésive	Faible	Arrêtes nettes, surface homogène
BETONS DE TOURNESOL				
B-Tr-Ref	Homogène	Non collante, moyennement cohésive	Moyenne	Arrêtes nettes, surface très homogène
B-Tr-Ca	Forte tendance à l'agglomération	Légèrement collante, très cohésive, eau de surface	Très bonne	Surface très inhomogène (trous) et rugueuse
B-Tr-Hl	Homogène	Non collante, non cohésive	Moyenne	Arrêtes nettes, surface très homogène

IV.1.2. Suivi du séchage

Le suivi du séchage en conditions standard ($35\pm 5\%\text{HR}$, $20\pm 0,1^\circ\text{C}$) a été réalisé à intervalles réguliers sur des cubes $15\times 15\times 15\text{cm}^3$ (3 pour chaque formulation) pendant les 60 jours précédant les essais. Rappelons que le démoulage a été effectué 24h après le gâchage. Les résultats (cf. Figure III. 42) démontrent un comportement de séchage par

diffusion similaire pour toutes les formulations, l'équilibre hydrique étant atteint après 40 jours environ. Aucune différence ne peut être faite entre le comportement en séchage des bétons de chanvre (cf. Figure III. 42a) et de tournesol (cf. Figure III. 42b). Néanmoins, les plus faibles masses volumiques fraîches des éprouvettes de tournesol (770kg.m^{-3} contre 800kg.m^{-3} pour le chanvre) conduisent à une masse volumique moyenne après séchage de 460kg.m^{-3} quand celle des bétons de chanvre s'établit à 490kg.m^{-3} .

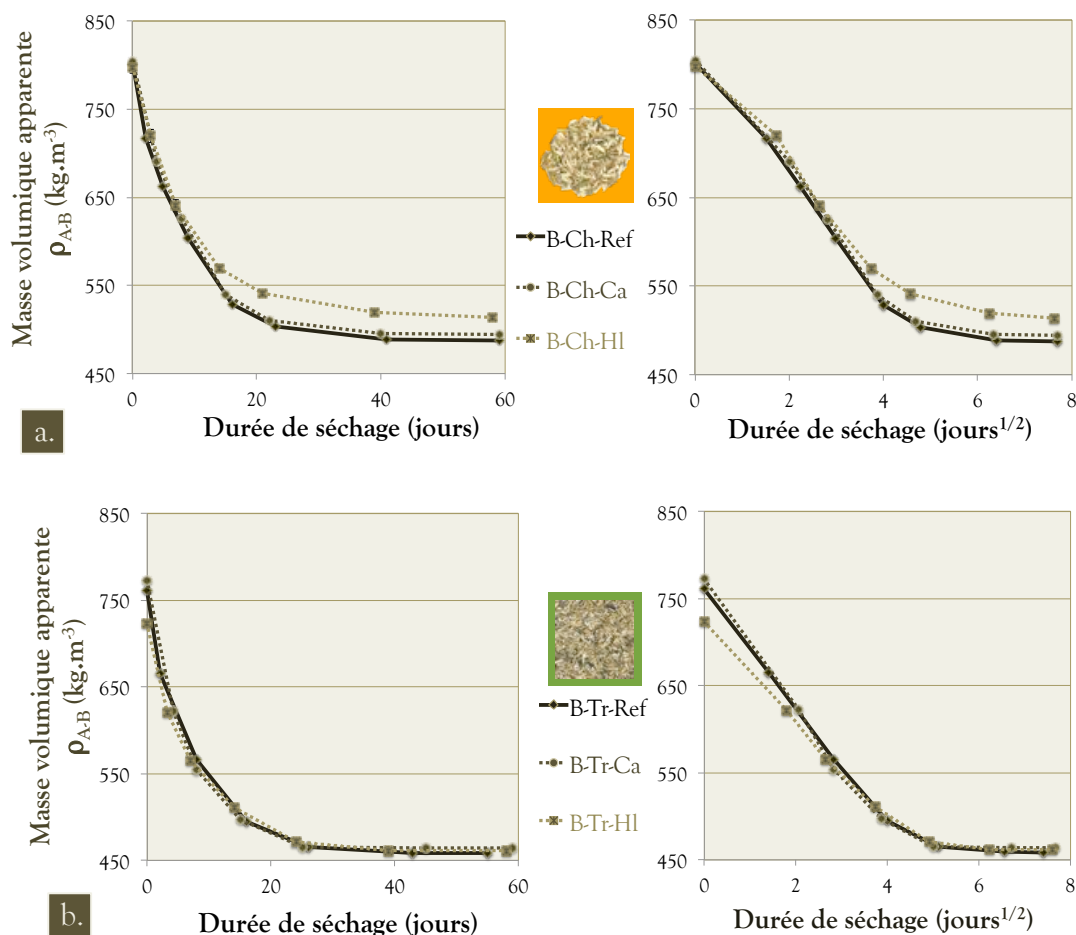


Figure III. 42. Courbes de séchages d'éprouvettes $15 \times 15 \times 15 \text{cm}^3$ réalisées avec les formulations de béton de chanvre (a) et de tournesol (b).

La part massique des eaux de gâchage et de prémouillage étant plus faible pour les bétons de particules traitées à l'huile de lin, les éprouvettes B-Ch-HI et B-Tr-HI évacuent une quantité moindre d'eau. La nature peu hydraulique des réactions pouzzolaniques et de formation de l'ettringite ayant cours dans les mélanges conduit toutes les éprouvettes à perdre de 91 à 95% de la masse d'eau introduite durant le séchage (cf. Tableau III. 12).

Tableau III. 12. Tableau récapitulatif des masses volumiques apparentes mesurées des bétons de particules traitées à l'état frais et ayant atteint l'équilibre hydrique ($35 \pm 5\%HR$, $20 \pm 0,1^\circ C$).

Type de traitement	Nom de la formulation	Etat frais ρ_{AF-B} [kg.m ⁻³]	Eq. hydrique ρ_{A0-B} [kg.m ⁻³]	Eau évacuée durant le séchage [%]
BETONS DE CHANVRE				
Brut	B-Ch-Ref	798,7 $\pm 6,8^*$	485,3 $\pm 5,2$	93
Ca(OH) ₂	B-Ch-Ca	809,4 $\pm 10,1$	497,2 $\pm 6,8$	91,3
Huile de lin	B-Ch-HI	799,2 $\pm 6,6$	514,6 $\pm 5,2$	92,3
BETONS DE TOURNESOL				
Brut	B-Tr-Ref	756,9 $\pm 9,5$	455,3 $\pm 5,5$	94,3
Ca(OH) ₂	B-Tr-Ca	772,1 $\pm 8,8$	466,3 $\pm 7,3$	94,9
Huile de lin	B-Tr-HI	722,9 ± 3	461,4 ± 3	93,8

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

IV.2. PROPRIETES THERMIQUES

IV.2.1. Limites et avantages de la mesure de conductivité thermique au fil chaud

A l'heure actuelle, toutes les mesures de conductivité thermique réalisées sur des bétons de chanvre l'ont été avec la méthode de la boîte chaude gardée [CER 05, NGU 09-1, MAG 10]. Il s'agit de la méthode de référence qui est actuellement utilisée pour la certification des matériaux isolants. Néanmoins, une autre méthode est utilisée dans ce travail: la mesure de conductivité thermique avec une sonde fil chaud (cf. Chapitre III:III.2.2). Une comparaison de ces deux méthodes a été effectuée récemment sur différents isolants [BEZ 11] et conclut à une grande similarité de leurs résultats. Les auteurs soulignent toutefois que la méthode transitoire au fil chaud présente de plus grandes incertitudes de mesure.

Sur la base des travaux effectués ici, des remarques spécifiques aux bétons de végétaux peuvent être formulées telles que :

✂ **Hétérogénéité des éprouvettes** : La mise en forme des bétons de végétaux par compactage en couche induit inévitablement des différences de masse volumique à différents endroits des éprouvettes, bien démontrées par Nguyen [NGU 09-1]. Dans une méthode telle que la plaque chaude gardée, cette variabilité est masquée par une mesure globale d'un échantillon massif. La mesure au fil chaud est en revanche locale. S'affranchir de l'hétérogénéité des échantillons requiert dès lors de répéter les mesures et introduit obligatoirement une forte incertitude de mesure.

✂ **Effet de bord dû aux parois du moule**: Lors de la mise en forme d'éprouvettes d'agrobétons, les particules végétales sont réorientées préférentiellement au contact des parois du moule. Le volume élémentaire sollicité lors d'une mesure localisée au fil chaud étant limité dans l'espace

(quelques cm^3) lorsque des isolants sont considérés, on peut se poser la question de l'impact de cet effet de bord.

Néanmoins, il s'agit d'une méthode rapide qui permet d'effectuer une étude comparative fiable dans un temps limité. Il est certain que compte tenu des particularités des bétons de végétaux, une étude comparative entre la méthode de la plaque chaude gardée en régime établi et du fil chaud en régime semi-transitoire doit être impérativement menée. Elle devra intégrer entre autres l'effet de l'orientation des particules détaillé dans les paragraphes qui suivent.

IV.2.2. Orthotropie et conductivité thermique

Le protocole de mesure des propriétés thermiques a pris en compte les travaux réalisés par Nguyen [NGU 09-1] qui a observé une anisotropie de la conductivité thermique générée par un fort compactage du béton de chanvre lors de la mise en forme. Ce compactage engendre en effet une **orthotropie macroscopique du matériau**. L'objectif de ce paragraphe est de conclure sur l'existence d'une influence de cette orientation sur des éprouvettes banchées manuellement. Cette comparaison est effectuée aussi bien sur les bétons de chanvre que ceux de tournesol.

Pour chaque béton dont la conductivité thermique est déterminée, la sonde est insérée entre deux éprouvettes selon deux configurations :

❧ **Faces perpendiculaires (\perp) au plan de compactage (configuration mur banché):** cette configuration permet de déterminer la conductivité thermique caractéristique d'un mur en **béton banché**. Les particules parallélépipédiques sont préférentiellement orientées dans le sens des flux de chaleur intérieur/extérieur.

❧ **Faces parallèles ($//$) au plan de compactage (configuration mur projeté):** cette configuration permet de se rapprocher de la conductivité thermique caractéristique d'un mur qui serait réalisé en **béton projeté**. Les particules parallélépipédiques sont alors majoritairement orientées perpendiculairement au flux.

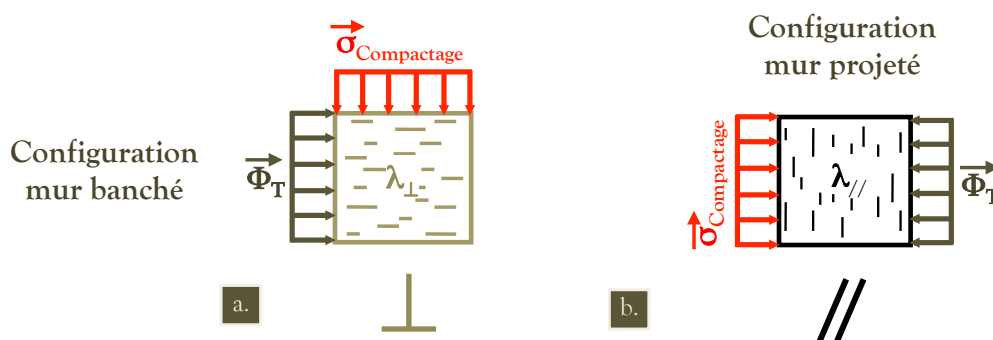


Figure III. 43. Schéma décrivant la direction du flux de chaleur et l'orientation majoritaire des particules lors de mesures ou la sonde fil chaud est placée sur la face perpendiculaire (a) ou parallèle (b) à la face compactée.

IV.2.3. Effet de l'orthotropie des agrobétons engendrée par un compactage manuel

L'observation de la Figure III. 44 apporte plusieurs informations. Tout d'abord, les bétons de référence B-Ch-Ref et B-Tr-Ref possèdent des propriétés thermiques (λ_T , e_T) similaires à 35%HR et après séchage ($60 \pm 0,1^\circ\text{C}$, $<4\%\text{HR}$). Leur conductivité thermique à sec répond aux exigences des règles professionnelles de la construction en chanvre [FFB 09] pour la formulation mur puisqu'elle est comprise entre $0,094$ et $0,109\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Si l'on s'intéresse maintenant à l'anisotropie des bétons, il ressort que le compactage manuel choisi pour mettre en forme les mélanges engendre une différence d'environ 10% de la conductivité thermique et de l'effusivité thermique entre les deux plans de mesure. Ainsi la face parallèle au plan de compactage, c'est à dire quand le flux arrive sur des particules orientées en majorité verticalement (**configuration mur projeté**), fournit les résultats les plus faibles, et ce peu importe le degré d'humidité (Sec $<4\%\text{HR}$ ou $35\pm 5\%\text{HR}$). Il s'agit de la configuration qui est testée lors d'une caractérisation de plaques de béton de chanvre compactées par la méthode de la plaque chaude gardée [CER 05, NGU 09-1, MAG 10], or dans le cas d'un **mur banché**, c'est la configuration **perpendiculaire** qui devrait être prise en compte.

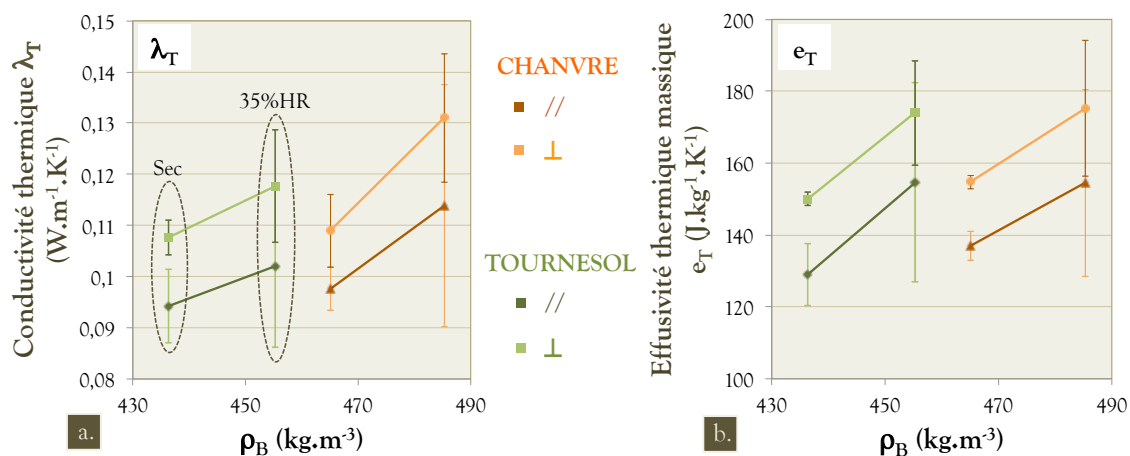


Figure III. 44. Conductivité thermique au fil chaud (a) et effusivité thermique au plan chaud (b) des bétons de chanvre B-Ch-Ref et tournesol B-Tr-Ref sec ($<4\%\text{HR}$) et stabilisés à $35\pm 5\%\text{HR}$ mesurées sur les faces parallèles et perpendiculaires au plan de compactage.

IV.2.4. Effet des traitements réalisés sur les granulats

De façon générale, les traitements réalisés ne génèrent pas de forte variation de la conductivité thermique (cf. Figure III. 45). La véritable évolution se situe plus au niveau de l'orthotropie des mélanges. Ainsi, les éprouvettes de granulats traités à la chaux B-Tr-Ca et B-Ch-Ca présentent de faibles anisotropies ($\Delta\lambda < 6\%$). A l'inverse, l'éprouvette B-Ch-HI est plus fortement orientée ($\Delta\lambda = 13,2\%$).

Ces résultats sont à relier avec les observations effectuées au §IV.1.1. Les mélanges de **particules traitées à la chaux** ont en effet démontré une plus grande cohésion couplée

à une forte aptitude à la compaction. L'obtention des masses volumiques visées (B-Ch-Ca : 800kg.m^{-3} , B-Tr-Ca : 770kg.m^{-3}) lors de la mise en forme n'a donc nécessité qu'un **faible effort de compactage**. Dès lors, l'orthotropie de l'agrobéton s'avère moins marquée. De façon opposée, le mélange de particules traitées à l'huile de lin B-Ch-HI est doté d'une faible capacité de cohésion et nécessite de plus grands efforts de compaction. Il en résulte une éprouvette nettement plus orientée.

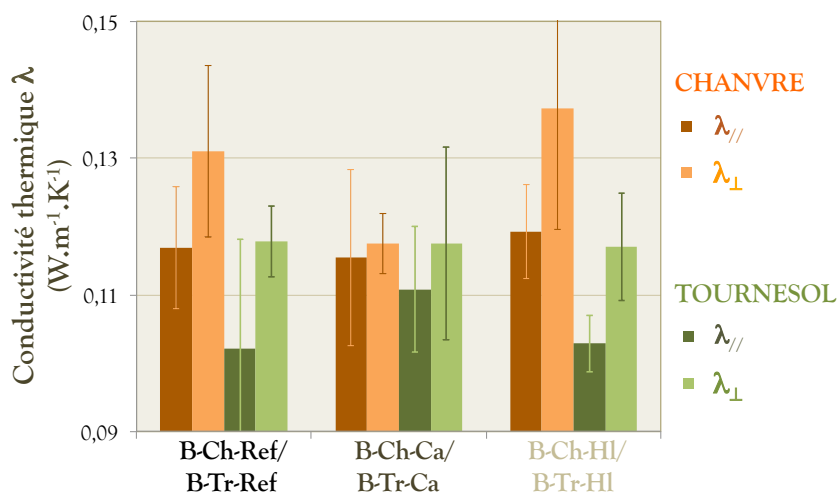


Figure III. 45. Conductivité thermique au fil chaud des bétons de chanvre et tournesol de particules traitées (stabilisés à $35 \pm 5\% \text{HR}$) mesurée sur les faces parallèles et perpendiculaires au plan de compactage.

IV.2.5. Tableau récapitulatif et discussion

Il est intéressant de noter que ces résultats ont été obtenus avec des sondes fil chaud et plan chaud, quand la grande majorité des résultats disponibles utilisent la plaque chaude gardée. Une analyse qualitative permet de s'apercevoir, pour la conductivité thermique, que les résultats qui semblent similaires à ceux obtenus avec la plaque chaude [CER 05, NGU 09-1, MAG 10]. Les effets de bords, qui auraient pu être problématiques avec la méthode du fil chaud, n'empêchent pas d'effectuer une distinction quantitative quant à l'orthotropie thermique des éprouvettes. Notons néanmoins que les écart-types standards (intervalles $\pm 2s$ à 95% de confiance) sont relativement larges malgré les 5 mesures effectuées pour chaque configuration. L'hétérogénéité de surface semble en être le principal problème. Une réelle étude comparative fil chaud/plaque chaude s'avère donc indispensable pour conclure sur la justesse des mesures et la réalité des écarts dus à l'anisotropie.

A masse volumique égale, les bétons de chanvre et de tournesol présentent des conductivités thermiques semblables peu importe le traitement réalisé. Les traitements sont en revanche synonymes de variations de l'effusivité thermique e_{T0} et de la capacité thermique massique c_{T0} à l'état sec. Le traitement à l'huile de lin engendre ainsi une augmentation couplée de e_{T0} et c_{T0} respectivement d'environ 10 et 15%. A l'inverse, le traitement à la chaux

engendre une diminution de e_{T0} et c_{T0} respectivement d'environ 5 et 15%.

L'orientation des particules végétales joue un rôle certain sur les propriétés thermiques utiles qu'ils vont présenter. Ainsi, de manière générale, les résultats (cf. Tableau III.13) montrent que la conductivité, l'effusivité et la capacité thermique sont moins importantes lorsque le flux thermique arrive dans la direction parallèle au compactage manuel, c'est à dire lorsque les particules sont orientées majoritairement perpendiculairement à ce flux. Concernant l'influence de la compaction, elle est moins marquée pour les mélanges B-Ch-Ca et B-Tr-Ca qui présentent de plus fortes tendances à l'agglomération et réciproquement une plus grande compactabilité. A l'inverse le mélange B-Ch-HI, qui demande un grand effort de compactage, présente une anisotropie thermique nettement plus marquée.

Tableau III. 13. Récapitulatif des propriétés thermiques des bétons de chanvre et de tournesol confectionnés avec des particules traitées.

Nom de la formulation	Orientation de la sonde**	$\lambda_{T-35^\circ\text{HR}}$ [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	λ_{T0}^{***}	e_{T0}^{***} [W.s ^{1/2} .m ⁻² .K ⁻¹]	c_{T0}^{***} [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]
BETONS DE CHANVRE					
B-Ch-Ref	⊥ (banché)	0,131 ±0,013*	0,109 ±0,007*	155 ±2*	472
	// (projeté)	0,117 ±0,018	0,098 ±0,004	137 ±4	413
	⊥ → //	-10,8%	-10,5%	-11,5%	-12,5%
B-Ch-Ca	⊥	0,117 ±0,004	0,109 ±0,009	149 ±28	433
	//	0,115 ±0,012	0,1 ±0,017	129 ±13	351
	⊥ → //	-1,7%	-8%	-13,3%	-17,8%
B-Ch-HI	⊥	0,137 ±0,018	0,12 ±0,011	182 ±28	556
	//	0,119 ±0,007	0,099 ±0,01	137 ±17	383
	⊥ → //	-13,2%	-17,4%	-24,6%	-31,1%
BETONS DE TOURNESOL					
B-Tr-Ref	⊥	0,118 ±0,005	0,108 ±0,01	150 ±12	479
	//	0,102 ±0,017	0,094 ±0,007	129 ±9	405
	⊥ → //	-13,2%	-12,5%	-14%	-15,5%
B-Tr-Ca	⊥	0,117 ±0,014	0,106 ±0,012	139 ±3	409
	//	0,111 ±0,01	0,101 ±0,008	123 ±11	337
	⊥ → //	-5,7%	-4,9%	-11,4%	-17,5%
B-Tr-HI	⊥	0,117 ±0,008	0,104 ±0,007	166 ±7	590
	//	0,103 ±0,004	0,093 ±0,03	139 ±4	463
	⊥ → //	-12,1%	-10,5%	-16,2%	-21,5%

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

** Orientation des faces entre lesquelles est insérée la sonde par rapport au plan de compactage

*** λ_T : Conductivité thermique, e_T : Effusivité thermique, c_T : Capacité calorifique.

IV.3. PROPRIETES MECANQUES

Au même titre que l'orthotropie thermique, l'orthotropie mécanique des bétons de végétaux lignocellulosiques mis en forme par compaction a fait l'objet de peu d'études [HUS 08, MOU 09] (cf. Chapitre I : II.4.3). Il a donc été décidé d'approfondir ce point en examinant les propriétés mécaniques de cubes de béton banché dans les deux directions permettant de caractériser l'orthotropie du matériau:

☒ **Plan de compression parallèle (//) au plan de compactage (configuration mur banché):** cette configuration permet de déterminer les propriétés mécaniques caractéristiques d'un mur en béton banché. Les particules parallélépipédiques sont préférentiellement orientées perpendiculairement à la direction de l'effort exercé.

☒ **Plan de compression perpendiculaires (\perp) au plan de compactage (configuration mur projeté):** cette configuration permet de se rapprocher des propriétés mécaniques caractéristiques d'un mur qui serait réalisé en béton projeté. Les particules parallélépipédiques sont préférentiellement orientées parallèlement à la direction de l'effort exercé.

IV.3.1. Orthotropie mécanique des agrobétons engendrée par un compactage manuel

La Figure III. 46 démontre très clairement les différences de comportement dans les deux directions considérées lorsque l'on teste des éprouvettes cubiques dont le comportement sera assimilé comme orthotrope:

☒ **Plan de compression parallèle (//) au plan de compactage (configuration mur banché):** La sollicitation est appliquée dans la direction de plus grande ductilité des particules sans sollicitation prioritaire des interfaces liant/végétal en cisaillement. Etant donné le faible élanement des éprouvettes (1 contre 2 pour les cylindres), cette configuration conduit à un essai d'écrasement progressif des granulats qui explique la forte ductilité du béton et l'augmentation progressive et possiblement infinie de la résistance mécanique. Il n'est pas possible de distinguer de réels changements dans le comportement du matériau pour lequel le liant, les interfaces et les particules ductiles sont sollicités de façon couplée.

☒ **Plan de compression perpendiculaires (\perp) au plan de compactage (configuration mur projeté):** La sollicitation est appliquée plus largement à la direction longitudinale des particules, ce qui correspond à leur direction de plus grande rigidité. En revanche, les interfaces font également l'objet d'une sollicitation plus intense. Ces deux éléments expliquent les courbes typiquement observées qui démontrent un module élastique plus important mais une rupture prématurée des interfaces conduisant progressivement l'atteinte d'un palier de contrainte aux alentours de 4% de déformation. Ce palier de contraintes se poursuit jusqu'à de grandes déformations puis éventuellement la rupture progressive des éprouvettes.

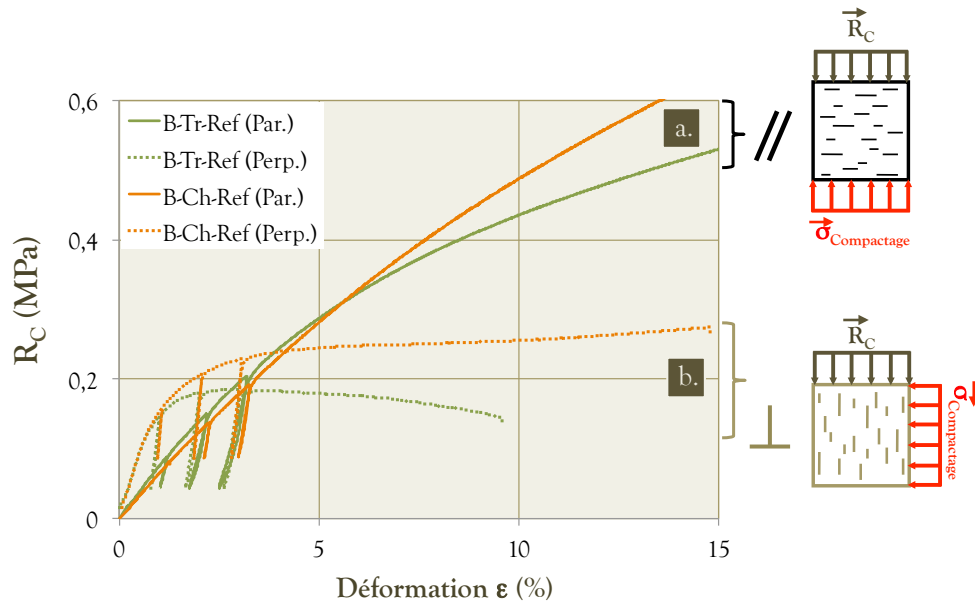


Figure III. 46. Courbes de compression dans les directions parallèle (a) et perpendiculaire (b) au compactage d'éprouvettes $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ obtenues avec les mélanges B-Ch-Ref et B-Tr-Ref.

Notons que les mélanges de référence B-Ch-Ref et B-Tr-Ref atteignent en configuration mur banché les propriétés mécaniques exigées par les règles professionnelles pour une formulation mur ($R_{C\text{-MAX}} > 0,2 \text{ MPa}$, $E > 15 \text{ MPa}$). L'utilisation du liant ponce/chaux élaboré semble donc être une bonne base pour le travail à mener sur les interfaces.

IV.3.2. Effet des traitements réalisés sur les granulats

IV.3.2.a. Compression dans la direction parallèle au compactage

L'observation des courbes présentées en Figure III. 47 montre un même comportement pour les éprouvettes de chanvre, dont les granulats ont été préalablement traités ou non. En revanche, les éprouvettes de béton de granulats de tournesol traités subissent une inflexion progressive des contraintes à partir de 5% de déformation jusqu'à atteindre la rupture pour l'échantillon B-Tr-Ca.

Que ce soit pour le traitement à la chaux ou celui à l'huile de lin, les résultats mettent en relief une chute importante des résistances mécaniques et de la rigidité des bétons de chanvre et de tournesol. La chute du module d'Young est globalement de l'ordre de 25% pour les formulations de béton de chanvre (B-Ch-Ca et B-Ch-HI) et 50% pour celle de tournesol (B-Tr-Ca et B-Tr-HI) (cf. Tableau III. 15). Celle de la résistance en compression à 5% de déformation $R_{C\text{-}5\%}$ des bétons de chanvre et de tournesol est d'environ 30% à l'exception de la formulation B-Tr-Ca pour laquelle la chute est de 70%.

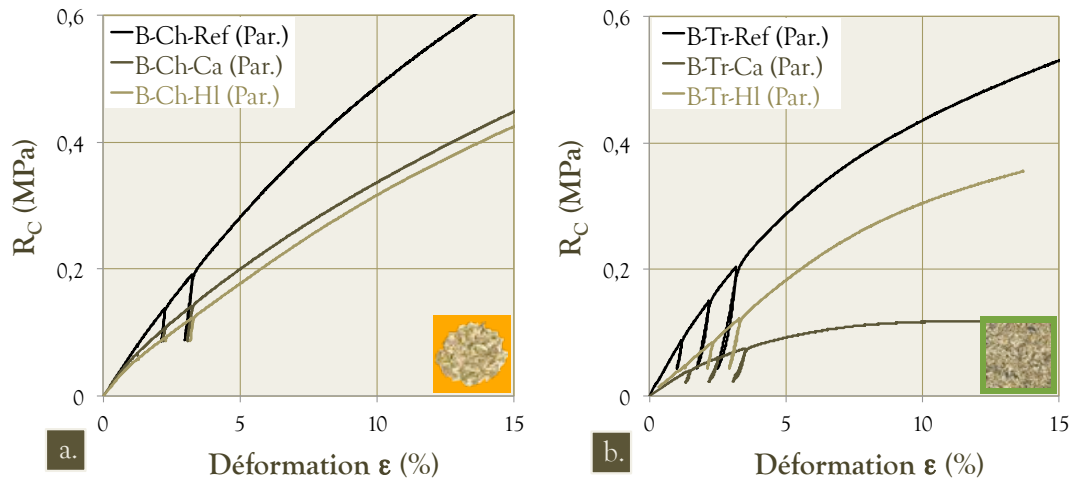


Figure III. 47. Courbes de compression dans la direction parallèle au compactage d'éprouvettes $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ réalisées avec les formulations de béton de chanvre (a) et de tournesol (b).

IV.3.2.b. Compression dans la direction perpendiculaire au compactage

Dans la direction orthogonale au compactage, la forme des courbes de compression s'avère relativement inchangées par le traitement des granulats (cf. Figure III. 48). La phase de rupture interfaciale est néanmoins atteinte pour des résistances plus faibles et les propriétés mécaniques amoindries de la même manière que dans la direction du compactage. Ainsi, le module d'élasticité subit une lourde chute d'environ 60 et 75% respectivement pour les bétons traités de chanvre et de tournesol. Dans le même temps, la résistance $R_{C5\%}$ chute de 50 et 60% pour ces mêmes formulations, peu importe le type de traitement. Ces résultats sont clairement le reflet d'une chute de la qualité des interfaces.

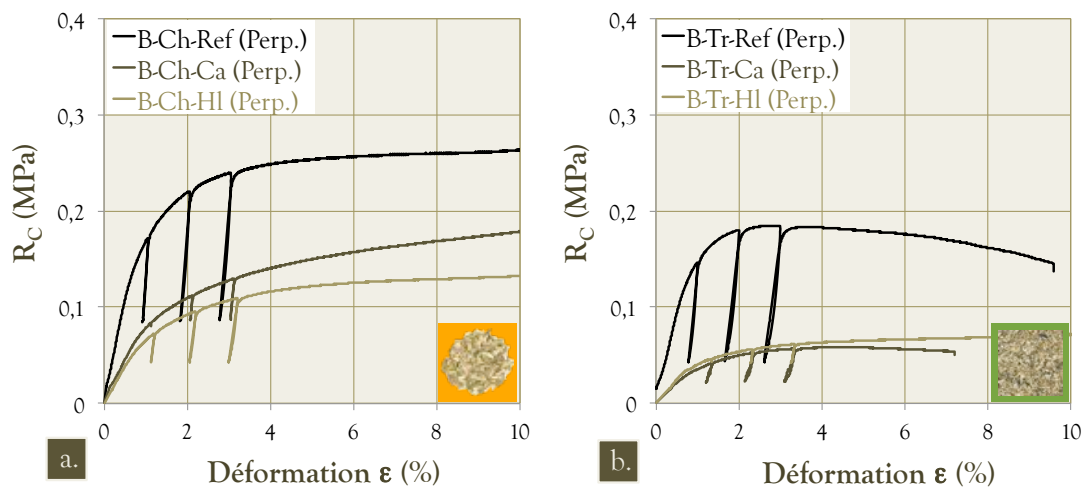


Figure III. 48. Courbes de compression dans la direction perpendiculaire au compactage d'éprouvettes $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ réalisées avec les formulations de béton de chanvre (a) et de tournesol (b).

IV.3.3. Analyse thermogravimétrique de la matrice après essai

Après les essais de compression à 60 jours, le passant à 80 μ m de la matrice des éprouvettes a été prélevé puis analysé directement en ATG (10°C.min⁻¹, Flux d'azote). Une première observation des spectres laisse apparaître quatre plages de températures présentant des pics caractéristiques (cf. Annexe B.6) :

- ✂ 90-160°C : CSH et Ettringite ;
- ✂ 190-340°C : Polysaccharides ;
- ✂ 370-430°C : Ca(OH)₂ ;
- ✂ 550-710°C : CaCO₃ ;

Si les pics caractéristiques des CSH, de l'ettringite, de la Portlandite et des carbonates sont présents, on note également l'apparition d'une plage de décomposition caractéristique des polysaccharides centrée autour de 400°C [CAR 11]. Cette plage correspond principalement aux poussières présentes dans les granulats de départ et qui sont incorporées à la matrice. Elle ne renseigne donc pas réellement sur les polysaccharides qui auraient été extraits des particules végétales vers la matrice.

Concernant l'**effet des traitements**, peu de différences sont appréciables au niveau des pics caractéristiques des hydrates, ni même de la quantité de polysaccharides (cf. Tableau III. 14). En revanche, au delà de 350°C, plusieurs évolutions sont à notifier. Tout d'abord, un pic de **Portlandite** nettement plus marqué pour les bétons de particules traitées à la chaux B-Ch-Ca et B-Tr-Ca (-1,9 et -1,7%) en comparaison des éprouvettes de référence B-Ch-Ref et B-Tr-Ref (-0,8% et -1,2%). Il est en revanche très difficile de distinguer la plage de déshydroxylation de la Portlandite sur les prélèvements issus des éprouvettes B-Ch-HI et B-Tr-HI, cette plage étant recouverte par celle plus large de l'huile de lin (cf. Annexe B.6).

Une carbonatation à cœur du matériau est visible. Il s'agit principalement d'une formation de carbonates amorphes de type III [THI 05] à partir d'un processus de transformation direct de la Portlandite ou indirect des CSH. Etant donné les pics de Portlandite observés, ce composé joue probablement un rôle plus important que les CSH dans l'apparition de ces carbonates amorphes. Quelques carbonates métastables de type II (aragonite, vaterite) sont également visibles, notamment sur l'échantillon B-Tr-HI. Au final, la quantité de carbonates est du même ordre de grandeur d'une éprouvette à l'autre, la perte en masse étant d'environ 4%. Notons tout de même que cette décarbonatation est un peu plus large (\approx 5%) pour les éprouvettes de granulats traités à la chaux B-CH-Ca et B-Tr-Ca. Les dépôts de carbonates en surface des poussières du granulat, présentes dans la matrice, pourrait expliquer ce résultat.

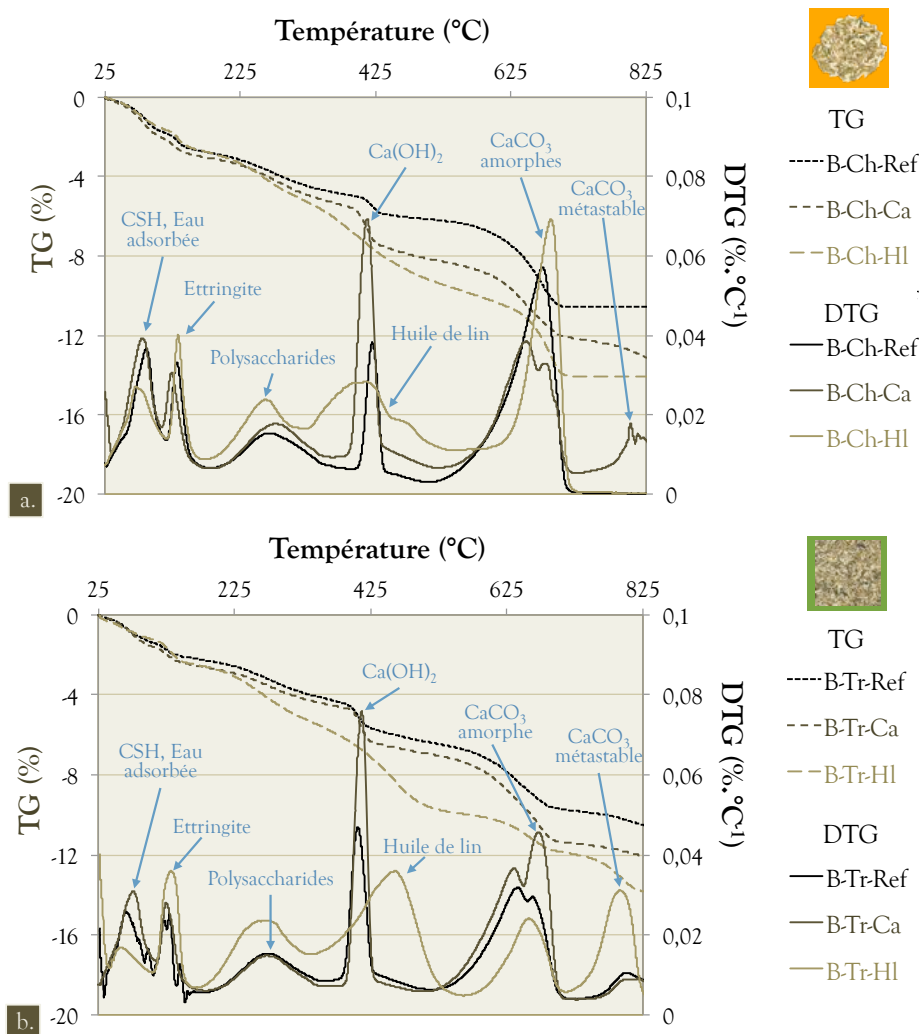


Figure III. 49. Courbes TG/DTG des prélèvements de matrice effectués sur des éprouvettes de béton de chanvre (a) et de tournesol (b) élaborés avec des granulats traités ou non.

Notons que les valeurs répertoriées dans la Tableau III. 14 ne sont pas quantitatives car la proportion d'eau et la quantité de polysaccharides issus du granulat ne sont pas maîtrisées.

Tableau III. 14. Pertes en masse mesurées sur les courbes TG pour les composés polysaccharidiques (Poly), la Portlandite (CH) et les carbonates (CC).

Nom de la formulation	Δm_{CH} [%]	Δm_{CC} [%]	Δm_{POLY} [%]
BETONS DE CHANVRE			
B-Ch-Ref	-0,8	-4,3	-1,9
B-Ch-Ca	-1,9	-4,9	-2,1
B-Ch-HI	-	-3,6	-2,1
BETONS DE TOURNESOL			
B-Tr-Ref	-1,2	-4,1	-1,9
B-Tr-Ca	-1,7	-5,2	-1,8
B-Tr-HI	-	-3,9	-2

IV.3.4. Tableau récapitulatif et discussion

Tableau III. 15. Récapitulatif des propriétés mécaniques des bétons de chanvre et de tournesol confectionnés avec des particules traitées.

Nom de la formulation	ρ_{A0-B} [kg.m ⁻³]	Direction de sollicitation**	E _{PENTE} [MPa]	R _{C-1%} [MPa]	R _{C-5%} [MPa]
BETONS DE CHANVRE					
B-Ch-Ref	483,9 ±5,6*	// (banché)	7,8 ±2,7*	0,066 ±0,01*	0,276 ±0,04*
		⊥ (projeté)	20 ±3,3	0,160 ±0,015	0,246 ±0,015
		// → ⊥	+158%	+144%	-11%
B-Ch-Ca	494,8 ±2,6	//	5,8 ±0,9	0,056 ±0,01	0,196 ±0,023
		⊥	8,6 ±1	0,074 ±0,01	0,140 ±0,014
		// → ⊥	+49%	+33%	-26%
B-Ch-HI	514,1 ±1,5	//	5 ±0,6	0,049 ±0,01	0,178 ±0,01
		⊥	7,6 ±0,5	0,065 ±0,01	0,121 ±0,014
		// → ⊥	+51%	+32%	-32%
BETONS DE TOURNESOL					
B-Tr-Ref	455,3 ±5,5	//	7,7 ±0,5	0,078 ±0,01	0,305 ±0,03
		⊥	18,9 ±1,1	0,144 ±0,018	0,180 ±0,03
		// → ⊥	+144%	+84%	-41%
B-Tr-Ca	466,3 ±7,3	//	2,7 ±0,1	0,03 ±0,01	0,089 ±0,01
		⊥	4,4 ±0,8	0,036 ±0,01	0,058 ±0,01
		// → ⊥	+61%	+22%	-35%
B-Tr-HI	461,4 ±3	//	3,4 ±0,6	0,036 ±0,01	0,173 ±0,03
		⊥	4,6 ±0,9	0,038 ±0,01	0,065 ±0,01
		// → ⊥	+35%	+6%	-63%

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

**Direction de sollicitation en compression par rapport à la direction de compactage

L'étude de l'orthotropie de bétons de chanvre et de tournesol compactés dans une seule direction apporte de premiers résultats intéressants. Ainsi, lorsque l'on teste en compression des cubes de ces matériaux, une sollicitation dans la direction perpendiculaire au compactage permet-elle d'augmenter d'un facteur 2,5 environ la rigidité. Dans le même temps, la résistance en compression atteint un palier signifiant la rupture progressive des interfaces. Lorsque le matériau est sollicité dans la même direction que le compactage, la compression augmente de façon infinie du fait de l'écrasement progressif des particules végétales ductiles. Cet écrasement infini n'est cependant pas intéressant puisqu'il ne s'intègre pas dans la plage de sollicitation du

matériau, que l'on peut considérer de façon élargie comme allant de 0 à 5% de déformation. Il existe donc un intérêt certain à solliciter les bétons lignocellulosiques dans la direction orthogonale à leur mise en forme.

Concernant l'impact des modifications des granulats, les deux traitements appliqués ne permettent pas d'amélioration des propriétés mécaniques mais induisent en revanche une chute de celles-ci allant de 30 à 70% pour le module d'élasticité et la résistance en compression à 5% de déformation. Par ailleurs, la direction de sollicitation orthogonale au compactage n'atteint pas, comme cela était le cas avec le matériau de référence, une rigidité qui soit 2,5 fois supérieure à celle de la direction de compactage mais seulement augmentée de 50% environ. On peut voir là le reflet direct d'une chute de la qualité des interfaces ou de la résistance mécanique des particules dans le cas du traitement à la chaux, pour lequel la qualité d'interface semblait pourtant améliorée.

V. BILAN DU CHAPITRE VI

Ce chapitre était consacré à l'analyse de l'effet de deux traitements appliqués aux granulats de chènevotte et de tige de chanvre décrits dans le Chapitre IV sur l'interface formée avec le liant ponce/chaux, mais aussi sur les propriétés des bétons de végétaux ayant pour base ces granulats traités. Un premier traitement dans une solution de Portlandite a ainsi été effectué avec pour objectif d'enlever les polysaccharides extractibles en milieu basique et de saturer en ions Ca^{2+} divalents les pectines des contenues dans les cellules végétales. Un second traitement à l'huile de lin a lui été choisi pour sa capacité à rendre hydrophobe les granulats.

Dans le but d'étudier l'influence de ces traitements sur l'interface végétal/liant, ce travail a nécessité la mise en place de **l'essai dit de la plaque immergée** dont le principe a été exposé par Amziane et al. [AMZ 08]. Des essais de validation ont permis de montrer l'influence couplée du retrait du liant et de l'adhésion plaque/liant sur la création des contraintes interfaciales mesurées par le biais de cet essai. L'influence positive du prémouillage des granulats sur la création de l'adhésion végétal/liant a ainsi pu être mis en évidence. Les tests réalisés soulignent qu'une quantité d'eau de prémouillage de 80 à 120% de la masse des granulats est un bon compromis pour optimiser l'adhésion. Sur la base de ces résultats, l'effet des deux traitements a aussi été analysé avec cette technique.

Dans le cas du traitement à la chaux, les résultats démontrent globalement une aptitude à améliorer l'interface entre une particule et le liant. Cette faculté est plus marquée avec le granulat de tournesol qui présente aussi un meilleur recouvrement par

des clusters de carbonates (5 à 20 μ m) que la chènevotte. Les analyses ATR-IRTF démontrent que les hémicelluloses et la cellulose voient leur quantité diminuer sur les surfaces internes et externes des particules, soulignant ainsi l'aptitude du traitement à enlever des extractibles. L'effet de ce traitement sur le granulat de chènevotte ne fait varier que très peu le comportement d'adsorption/absorption en eau, tandis qu'une baisse d'environ 40% de ce phénomène est mesurée avec le granulat de tournesol. Cette régulation de l'absorption, la mouillabilité de surface accrue et l'accroche mécanique offerte par les dépôts de carbonate expliquent la nette augmentation des contraintes interfaciales (+30% Ch-Ca, +140% Tr-Ca) lors de l'essai de plaque mais aussi l'amélioration notable de la ZTI après 60 jours. La plus grande cohésion et l'aspect légèrement collant des mélanges B-Ch-Ca et B-Tr-Ca semblait par ailleurs abonder en ce sens. De manière surprenante, les résistances mécaniques de ces bétons chutent de façon spectaculaire, particulièrement pour les granulats de tournesol pour lesquels le module élastique E et la résistance $R_{C5\%}$ sont divisés par 4. On peut donc légitimement s'interroger sur l'impact du traitement réalisé sur la rigidité même des particules lignocellulosiques.

Le traitement à l'huile de lin présente en revanche des résultats plus cohérents. Tout d'abord, le rapport massique huile/granulat est apparu trop faible pour recouvrir de façon homogène la surface des granulats et remplir leur structure interne. Néanmoins, ces granulats ont présenté après coup une hydrophobie accentuée ($\approx 80^\circ$ après 60 secondes) et une capacité d'adsorption en eau de surface moindre (W_0 chute $\approx 40\%$). L'objectif d'hydrophobisation partielle était ainsi partiellement atteint. Cette hydrophobisation a eu en revanche un effet négatif sur l'interface liant/végétal. En effet, la zone de matrice affectée autour de la particule (MA) a vu sa taille augmenter tandis que la contrainte interfaciale liant/végétal après 48 heures (τ_{A48H}) a chuté de 20 à 70% selon le granulat. De manière logique, cela s'est traduit par un béton à la cohésion plus faible et à une chute des propriétés mécaniques. Par ailleurs, l'interface étant de moins bonne qualité, la compression dans la direction \perp à la compaction n'a pas permis d'amélioration importante de la rigidité par rapport à une compression dans le sens du compactage, comme cela a pu être observé avec les formulations B-Ch-Ref et B-Tr-Ref.

Les **deux traitements** étudiés dans ce Chapitre, en plus d'être compliqués à mettre en œuvre, ont donc un **impact négatif sur les propriétés mécaniques** de bétons de chanvre et de tournesol. La **stratégie d'analyse de l'interface** liant/végétal mise en œuvre a permis d'anticiper ce résultat avec le traitement à l'huile de lin, pour lequel les granulats traités ont généré une interface de moindre qualité à court et long terme. Elle s'est avérée en revanche infructueuse pour prédire la chute des propriétés des bétons de granulats traités à la Portlandite, qui formaient pourtant une interface améliorée avec le liant, à court et long terme. Du point de vue des propriétés thermiques, les bétons élaborés ne présentent pas de changements majeurs avec les bétons de référence B-Ch-Ref et B-Tr-Ref.

CHAPITRE VII: EFFETS DE L'ADJUVANTATION DU LIANT SUR L'INTERFACE ET LES PROPRIETES DES AGROBETONS

L'approche qui consiste à adjuvanter le liant spécifiquement pour améliorer les propriétés d'un béton fait l'objet d'incessantes recherches et évolutions depuis plus d'un siècle. Cette approche est cependant à l'état embryonnaire dans le développement des bétons ultralégers de particules lignocellulosiques, si l'on exclue les travaux menés sur les accélérateurs de prise dans les bétons légers ciment/bois. Le présent Chapitre se propose d'étudier l'influence d'un viscosant de la famille des éthers de cellulose sur les propriétés du liant et des agrobétons de chanvre et de tournesol élaborés.

I. ADJUVANTATION SPECIFIQUE DU LIANT

I.1. MELANGES ELABORES

La consistance d'une pâte est reliée à sa fluidité et à sa capacité de déformation. L'essai classiquement retenu pour la caractériser est la **résistance au plongeur** définie par la norme EN196-3 [AFN 09]. Le but recherché est alors de travailler avec des pâtes ayant une **consistance normalisée**, l'eau représentant la variable d'ajustement. L'utilisation de rétenteurs d'eau comme les **éthers de cellulose (EC)** induit une modification des propriétés rhéologiques de la pâte traduite par une augmentation du seuil de cisaillement et de la viscosité (cf. Chapitre II:III.2.2). Ces produits étant notamment capable de polymériser structurellement l'eau, il n'est pas envisageable de travailler à consistance normalisée. Cela générerait en effet des problèmes d'interprétation quant à leur effet sur le liquide interstitiel en faisant varier la quantité d'eau libre. Les **EC** sont d'ailleurs généralement dosés par rapport à l'eau de gâchage (rapport EC/E_G) [BRU 11].

Les pâtes utilisées possèdent par ailleurs un seuil de cisaillement et une viscosité empêchant une étude rhéologique classique. Il a donc été décidé de s'intéresser aux propriétés de la solution interstitielle sur des formulations présentant un **rapport massique Eau/Poudres (E/P) de 0,5**. Ce rapport sera utilisé dans toutes les caractérisations qui vont suivre.

Tableau III. 16. Composition en masse volumique équivalente des trois liants élaborés.

Type de liant	Nom	POUDRES ADJUVANTS				E _G	EC/ E _G	ρ _{REF-L}
		Ponce	CL90	Na ₂ SO ₄	EC*	*		
Référence	L-Ref	Composition en g pour 100g de poudres	80	20	4	-	50	-
		Masse volumique (kg.m ⁻³)	866	217	43	-	541	1667 ±5**
EC/E _G =1	L-0,5%	Composition en g pour 100g de poudres	80	20	4	0,5	50	-
		Masse volumique (kg.m ⁻³)	831	208	42	5	519	1604 ±3
EC/E _G =2	L-1%	Composition en g pour 100g de poudres	80	20	4	1	50	-
		Masse volumique (kg.m ⁻³)	813	203	41	10	508	1575 ±10

* EC : Ether de cellulose, E_G : Eau de gâchage

** Ecart-type 2σ (95%)

Le dosage de l'**éther de cellulose (EC)** de type MHEC (cf. Chapitre IV) est réalisé par rapport à la masse de poudres à hauteur de **0,5 puis 1%**. Le rapport optimum conseillé pour une utilisation avec le ciment est en général d 0,27% [POU 06]. Trois liants sont ainsi élaborés, leurs dosages respectifs étant détaillés dans le Tableau III. 16.

I.2. PROPRIETES DES PATES DE LIANT FRAICHES

I.2.1. Comportement de la solution interstitielle

La solution interstitielle, prélevée par centrifugation, présente d'importantes différences en termes de viscosité (cf. Figure III. 50a). Lorsque l'EC est ajouté, la viscosité dynamique μ (type couette) tend à diminuer quand la vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ augmente. Ce **comportement fortement pseudoplastique** est dû à l'**orientation progressive des longues chaines polymériques enchevêtrées** dans le sens du cisaillement [KHA 98, PAT 11, BRU 11]. Par ailleurs, plus la quantité d'EC est élevée, plus μ augmente. Paturlat [PAT 11] explique cette augmentation par la **capacité des EC à adsorber l'eau de gâchage**, engendrant un gonflement, et à **s'adsorber sur les particules minérales** (liaisons hydrogènes, Van Der Waals) pour former un réseau rigide qui diminue les mouvements aqueux. Pour une vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ de 10s^{-1} , l'ajout de 1% d'EC dans le liant permet de passer d'un μ de 2,1 à 26,9 mPa.s. Cette multiplication par un facteur 10 devrait avoir plusieurs effets sur le comportement de la solution interstitielle à l'interface liant/granat (cf. Chapitre II :III) :

- ❏ Chute de la vitesse d'ascension capillaire dans la particule (Loi de Washburn) ;
- ❏ Chute de la vitesse de filtration dans le liant (Loi de Darcy) ;
- ❏ Limitation de la diffusion des ions et particules sphériques dans le liquide (Lois de Einstein-Smoluchowski).

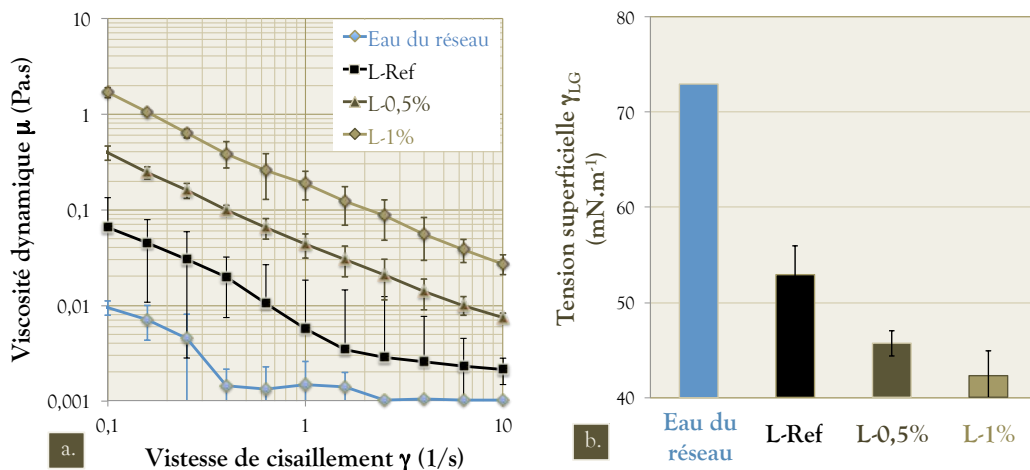


Figure III. 50. Evolution de la viscosité dynamique (a) et de la tension superficielle (b) des solutions interstitielles obtenues par centrifugation des pâtes adjuvantées ou non.

Dans le même temps, la tension superficielle à l'interface liquide-vapeur γ_{LG} passe de 52,9 à 42,3 mN.m⁻¹ ce qui est cohérent avec les observations faites par Bülichen et al. [BUL 12]. Cette chute de tension superficielle du liquide signifie une diminution de la pression capillaire P_C définie par la loi de Laplace (cf. Chapitre II:I.4.1.a) de 20% et une

diminution réciproque de la hauteur de remontée capillaire h_L . La dynamique de cette ascension, définie par la loi de Washburn, est liée au rapport $\sqrt{\gamma_{LG}/\mu}$. La hauteur de remontée capillaire en fonction du temps $h_L(t)$ chute donc quand γ_{LG} augmente et μ diminue. Par ailleurs, la diminution de la pression capillaire P_C est également responsable d'une chute de la vitesse de filtration de ce liquide interstitiel.

Notons toutefois qu'avec l'adjuvant utilisé, une partie non négligeable de l'EC est adsorbé en surface des grains de ponce et de chaux composant le liant. Cette proportion peut atteindre selon Brumaud [BRU 11] environ 20%.

1.2.2. Comportement de la pâte

Plusieurs travaux ont montré l'influence des éthers de cellulose, notamment des MHEC, sur la rétention en eau des pâtes cimentaires [PAI 09, POU 10, PAT 11]. Cette propriété étant un bon reflet de la résistance à la filtration et de la cohésion des mortiers, ce test a été réalisé sur les pâtes adjuvantées avec l'EC. Le liant L-1% présente ainsi une capacité de rétention en eau de 95,6 contre 84,5 pour le liant de référence L-Ref. Il s'agit de la résultante directe des modifications de la solution interstitielle mesurées précédemment.

I.3. PROPRIETES DES PATES DE LIANT DURCIES

1.3.1. Macro et microstructure des pâtes adjuvantées

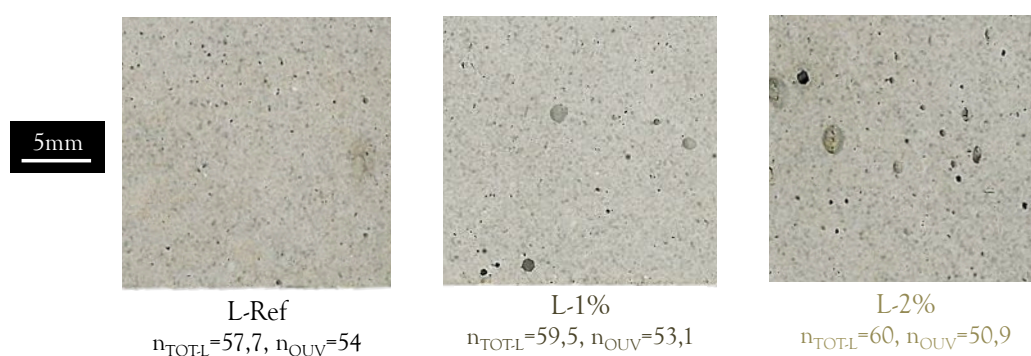


Figure III. 51. Observation de la macroporosité des liants élaborés.

L'observation macroscopique des trois liants élaborés apporte une première information quant à leur porosité macroscopique (cf. Figure III. 53). De manière générale, plus la quantité d'EC est importante, plus la macroporosité ($\varnothing 0,2-2\text{mm}$) est importante. Cette analyse est cohérente les observations de Pourchez et al. [POU 06, POU 10] qui ont montré que l'ajout d'une quantité importante d'EC pouvait induire la formation d'un réseau de chaînes polymériques ayant la capacité de maintenir formés les bulles d'air lors des processus d'hydratation.

Si l'on s'intéresse à la visualisation au MEB des porosités microscopiques en électrons rétrodiffusés (cf. Figure III. 56a et b), il est difficile de conclure sur l'impact de

l'EC. Il semblerait que le liant L-1% présente une porosité microscopique équivalente celle de L-Ref mais de dimension légèrement supérieure ($1\text{-}3\mu\text{m}$ contre $0,5\text{-}2\mu\text{m}$). Une observation en électrons secondaires de la mésoporosité du liant adjuvanté (cf. Figure III. 56c et d) d'identifier la présence d'un film d'EC en surface de la porosité. Ce recouvrement privilégié à la limite liant/air a déjà été souligné [POU 06, BRU 11].

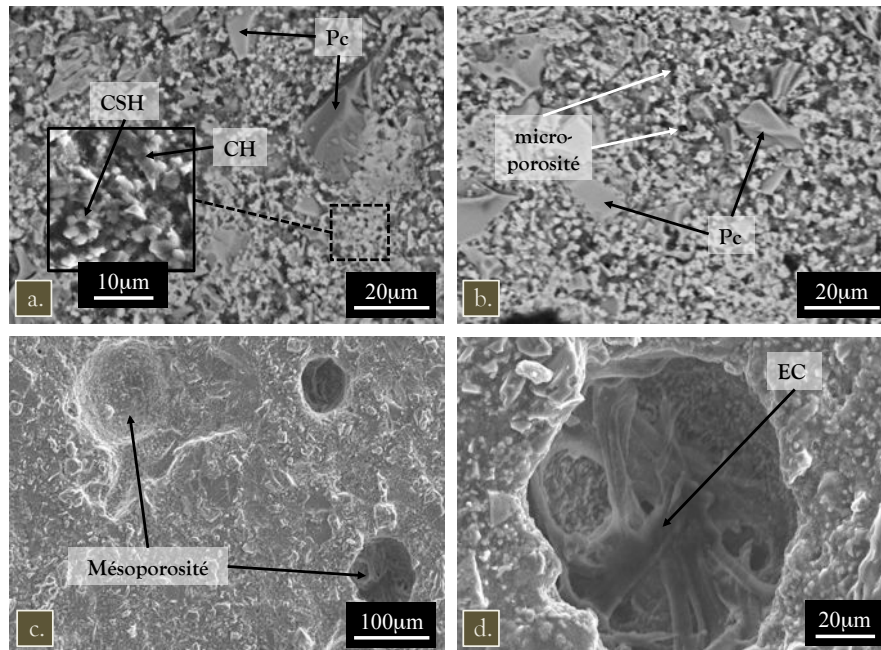


Figure III. 52. Observation au MEB en électrons rétrodiffusés de la microporosité et des phases formées sur les liants L-Ref (a) et L-1% (b). Observation en électrons secondaires de la topographie (c) et de la mésoporosité (d) du liant L-1%. CH : Ca(OH)_2 , Pc : Ponce.

I.3.2. Propriétés physiques des pâtes adjuvantées

L'ajout d'EC dans les liants est réputé pour ralentir la formation des hydrates cimentaires, notamment les CSH [POU 06]. Il est donc intéressant de voir quel est l'impact d'ajouts importants de 0,5 à 1% par rapport à la masse des poudres sur la résistance mécanique à moyen et long terme. L'observation des courbes de la Figure III. 53a montre que l'ajout d'EC a le même effet dans les pâtes effectuant une prise pouzzolanique que dans les ciments. Après 28 jours, L-1% possède une résistance en compression 20% plus faible que celle du liant de référence L-Ref. Les études menées par Pourchez [POU 06] sur le sujet lui ont permis de conclure à un retard de la couche d'hydrates de type CSH à la surface des grains de C_3S , phénomène qui pourrait se reproduire autour des grains de ponce.

En revanche, l'ajout d'EC a un impact très positif sur l'absorption en eau par capillarité. Le coefficient d'absorption capillaire C_A [$\text{g.m}^{-2}.\text{s}^{-1/2}$] est ainsi 70% plus faible lorsque 0,5 ou 1% d'EC sont ajoutés (cf. Figure III. 53b). Cette différence, aussi observée par Pourchez et al. [POU 10] est attribuée à la modification du réseau poreux pour lequel ces auteurs proposent une analyse à laquelle pourra se référer le lecteur.

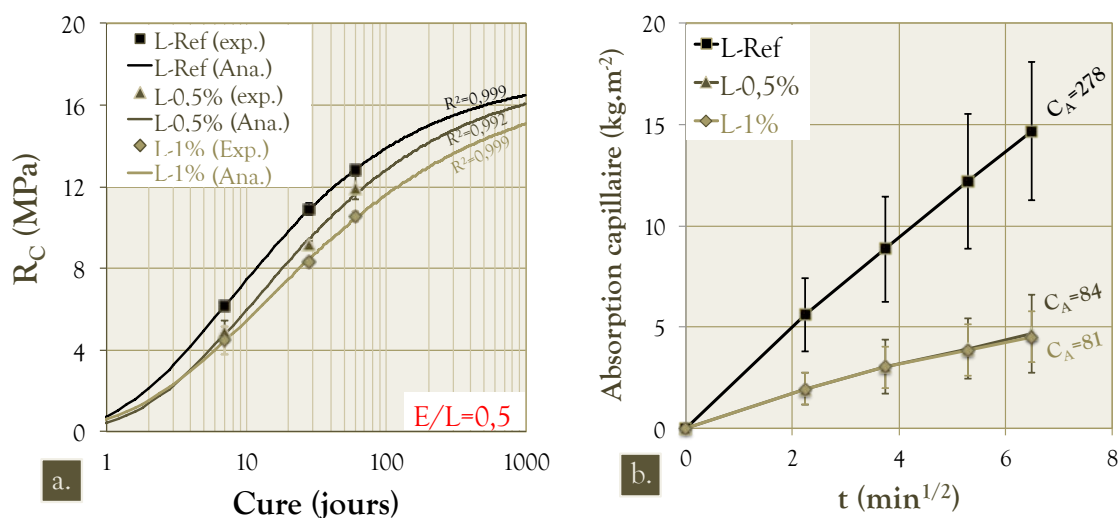


Figure III. 53. Mesure et analyse de la résistance en compression de 7 à 60 jours de cure (a) et de l'absorption en eau par capillarité des pâtes liantes après 60 jours de cure (b).

I.4. TABLEAU RECAPITULATIF ET DISCUSSION

L'ajout d'EC à hauteur de 0,5 ou 1% en masse des poudres, ce qui est supérieur aux quantités utilisées habituellement, permet d'augmenter la cohésion et la viscosité du liant. Les tendances observées à l'état frais devraient ralentir l'absorption capillaire et la filtration du liquide interstitiel par un milieu poreux externe, comme une particule de chènevotte. C'est ce qui est démontré par la nette augmentation de la rétention en eau de la pâte.

Par ailleurs, les pâtes durcies incorporant de l'EC ont une porosité totale plus importante qui s'oppose à une porosité accessible à l'eau plus faible. Cette faible accessibilité à l'eau, qui explique également la diminution d'un facteur 3 de l'absorption capillaire, est due à la capacité des EC à former un film sur les parois des pores.

Tableau III. 17. Récapitulatif des propriétés du liquide interstitiel, des pâtes à l'état frais et après 28 jours de cure des liants adjuvantés avec l'EC.

Nom	Liquide interstitiel, pâte			Liant solide					
	μ^{***}	γ_{LG}	WR	ρ_{R0-L}^{**}	n_{OUV}	n_{TOT-L}	C_A	R_{C-28j}	E_{28j}
	[mPa.s]	[mN.m ⁻¹]	[%]	[kg.m ⁻³]	[%]	[%]	[kg.m ⁻² .s ^{-1/2}]	[MPa]	[GPa]
L-Ref	2,1±0,4*	52,9 ±3*	84,5	1137±3*	54	57,7	2,16±0,25*	10,9±0,3*	1,53±0,1*
L-0,5%	7,5 ±0,6	45,7±1,3	85,4	1090 ±3	53,1	59,5	0,65 ±0,23	9,1 ±0,1	1,4 ±0,1
L-1%	26,9±0,6	42,3±2,7	95,6	1077 ±4	50,9	60	0,63 ±0,16	8,3 ±0,3	1,13 ±0,1

* Intervalle de confiance 2 σ (95%)

** Mesurée après séchage pendant 48h à 105°C.

*** μ : viscosité pour un taux de cisaillement de 10s⁻¹

II. EFFET DE L'ADJUVANTATION SUR L'INTERACTION LIANT/PARTICULE VEGETALE

II.1. INTERACTION ENTRE UNE PLAQUETTE VEGETALE ET LE LIQUIDE INTERSTITIEL ADJUVANTE

II.1.1. Mouillabilité de surface

L'influence de l'EC sur la mouillabilité de surface des faces internes et externes des particules de chanvre et tournesol a été évaluée grâce à la technique de la goutte déposée. Le liquide interstitiel prélevé par centrifugation des pâtes fraîches L-Ref et L-1% a servi aux mesures d'angle de contact reportées sur la Figure III. 54. Au vu des résultats, il est très difficile de distinguer clairement une influence de la présence d'EC dans les centrifugats, d'autant plus que la dispersion des résultats est très grande. **Cela remet donc en cause la pertinence et l'intérêt de cette mesure dans ce contexte précis.**

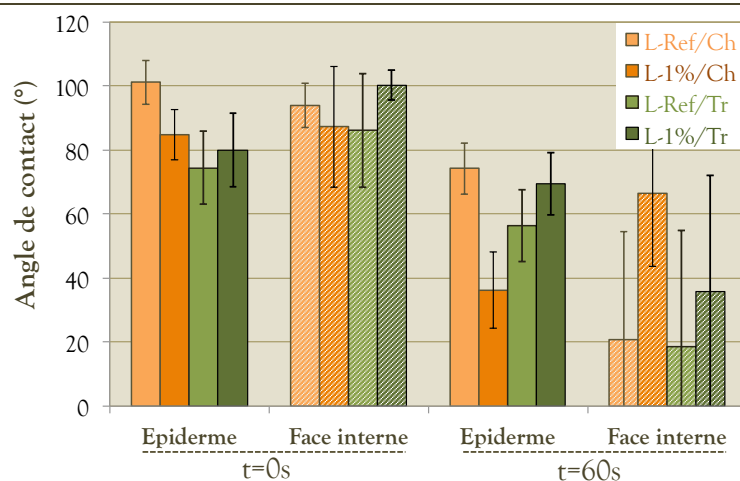


Figure III. 54. Angles de contact mesurés entre les faces internes et externes des particules de chanvre et de tournesol et le liquide interstitiel issu des pâtes de liant L-Ref et L-1%.

II.1.2. Adsorption/absorption de plaquettes isolées

Lorsque l'on travaille en récupérant le centrifugats issu des pâtes de liant, il est impossible d'obtenir les quantités suffisantes de liquide interstitiel pour réaliser un essai d'immersion représentatif des granulats. Il a donc été choisi de ne s'intéresser qu'à l'absorption/adsorption en immersion de plaquettes végétales de dimension 60x7x[2-3]mm³ (cf. Chapitre III : II.1.5). Les courbes visibles en Figure III. 55 présentent les trois phases successives décrites au Chapitre IV:II.2.6. Elles démontrent d'une capacité d'adsorption instantanée W_0 augmentée lorsque des plaquettes de dimension 60x7x[2-3]mm³ sont immergées dans le liquide interstitiel issu de L-1% plutôt que celui du liant L-Ref. W_0 est ainsi accru d'un facteur 3 pour la chènevotte et 2 pour la tige de tournesol. Il

s'agit là d'un effet direct d'une viscosité accrue de la solution qui permet le maintien de la solution en surface.

La **seconde phase d'absorption diffusive** est en revanche moins marquée lorsque de l'EC est présent dans la solution avec des coefficients d'absorption C_A 15 à 30% plus faible en fonction du granulat. Ce changement peut être relié à la chute de tension superficielle du liquide interstitiel du liant L-1% (§I.2.1), responsable d'une diminution de la pression capillaire P_C .

La méthode de mesure employée pour analyser l'adsorption/absorption en eau est bien adaptée à l'analyse de solution à viscosité variable. En effet, elle permet une distinction nette des phases d'adsorption, d'absorption puis de diffusion de l'air dans la structure. Au final, l'influence de l'ajout d'EC sur l'absorption/adsorption en eau est limitée. Il faut toutefois prendre en compte que dans le cas de granulats à forte surface spécifique (environ $200\text{m}^2.\text{g}^{-1}$ contre $40\text{m}^2.\text{g}^{-1}$ pour une plaquette $60\times 7\times [2-3]\text{mm}^3$), l'adsorption initiale W_0 revêtirait une importance bien plus importante.

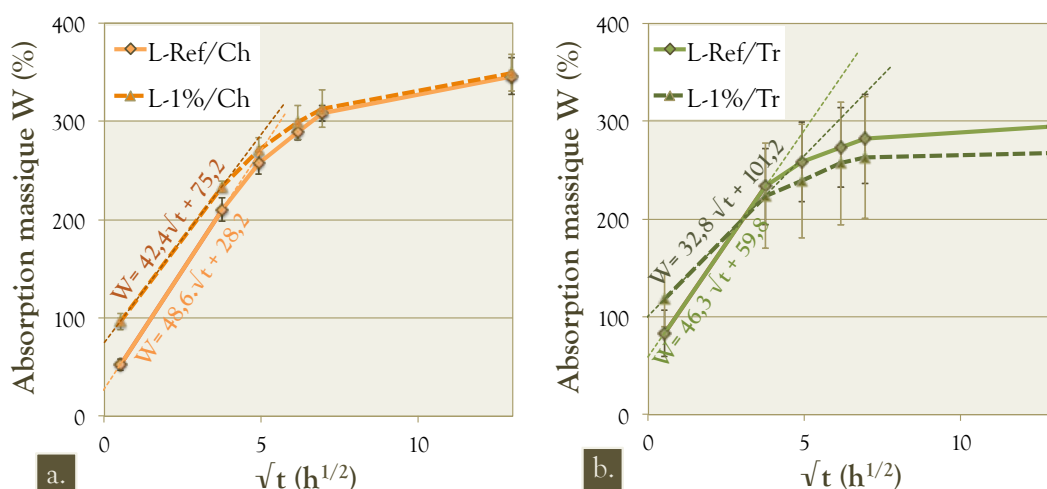
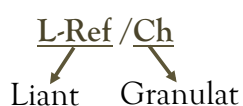


Figure III. 55. Courbes d'adsorption/absorption de plaquettes de chanvre (a) et de tournesol (b) de dimensions $60\times 7\times [2-3]\text{mm}^3$ immergées dans le liquide interstitiel de L-Ref et L-1%.

II.2. ANALYSE DE L'INTERPHASE APRES 60 JOURS

Concernant la méthode préparation des éprouvettes, le lecteur se référera au Chapitre VI:III.1. La nomenclature des échantillons utilisée dans ce paragraphe est la suivante :



Toutes les observations réalisées sur les échantillons s'intéressent à la partie la plus affectée de la matrice, située à chaque fois du côté de l'épiderme. Cette matrice est appelée Matrice Affectée Extérieure (MAE).

II.2.1. Observation mésoscopique de la ZTI

Une première observation mésoscopique permet de faire le point sur la liaison entre le liant et la particule végétale. Il convient de noter qu'une observation en vide secondaire nécessite un séchage préalable des particules, ce qui accentue la taille du gap entre le liant et la particule. On voit ainsi sur la Figure III. 56a qu'un gap supplémentaire s'est créé pendant le séchage réalisé après résinage de l'échantillon.

Passé cette première difficulté, l'observation de l'échantillon L-Ref/Ch permet d'identifier un large gap (environ 500µm) et une MAE conséquente. L'utilisation à hauteur de 1% en masse des poudres d'éther de cellulose (EC) permet une disparition quasi-complète de ce gap (cf. Figure III. 56b). L'adhésion entre la surface de la particule de chènevotte et le liant L-1% semble avoir été préservée, même si une fissuration à l'interface est visible.

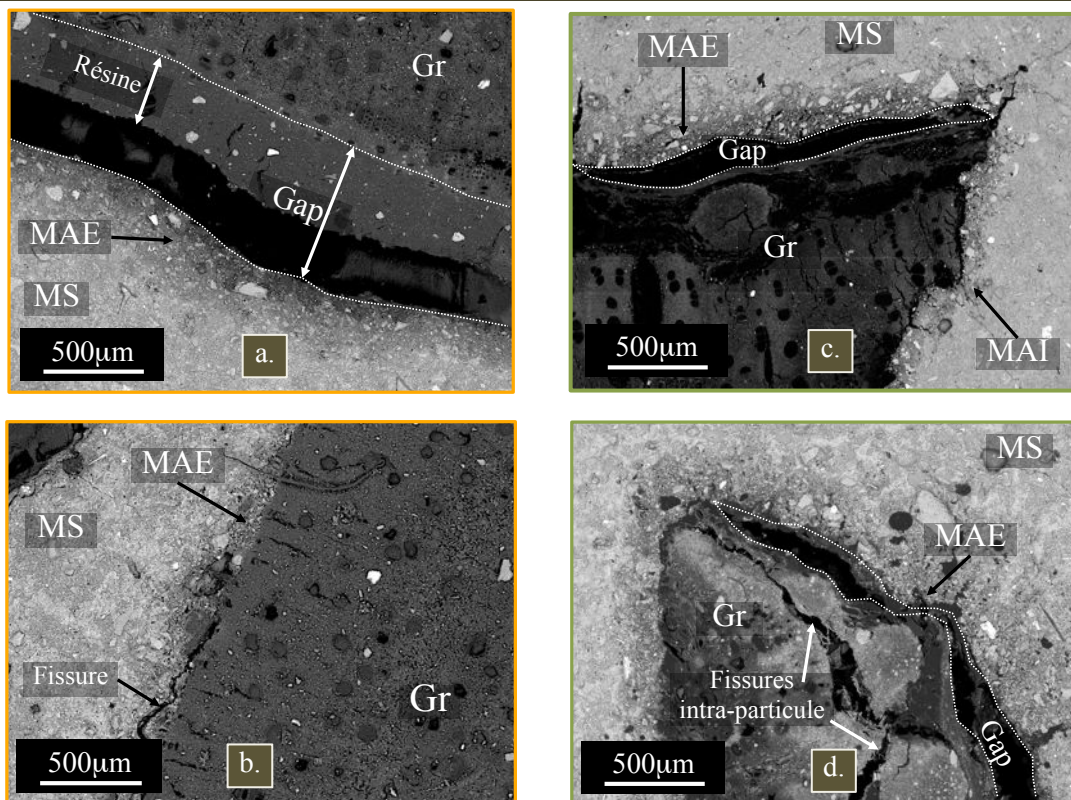


Figure III. 56. Observation au MEB en électrons rétrodiffusés de la ZTI formée après 60j autour des particules des échantillons L-Ref/Ch(a), L-1%/Ch (b), L-Ref/Tr (c) et L-1%/Tr (d).

Gr : Granulat, MS : Matrice saine, MAE : Matrice affectée côté épiderme, MAI : Matrice affectée côté intérieur.

Sur l'échantillon L-Ref/Tr réalisé avec du tournesol (cf. Figure III. 56c), l'observation est similaire à celle effectuée avec la chènevotte. Le gap est toutefois moins marqué (environ 150µm), voire quasiment inexistant en face interne. Le dernier mélange analysé, L-1%/Tr (cf. Figure III. 56d), présente un gap de même largeur qu'avec le liant de référence. La séparation interfaciale n'est cependant pas parfaite et une large

fissuration de la particule est visible. Cette fissuration pourrait être une conséquence des efforts engendrés par le retrait de la particule lors du séchage, une meilleure adhésion liant/particule étant assurée par l'ajout d'EC. Notons que dans le même temps, la MAE semble nettement moins marquée que sans EC.

II.2.2. Observation et analyse microscopique de la Matrice Affectée (MA)

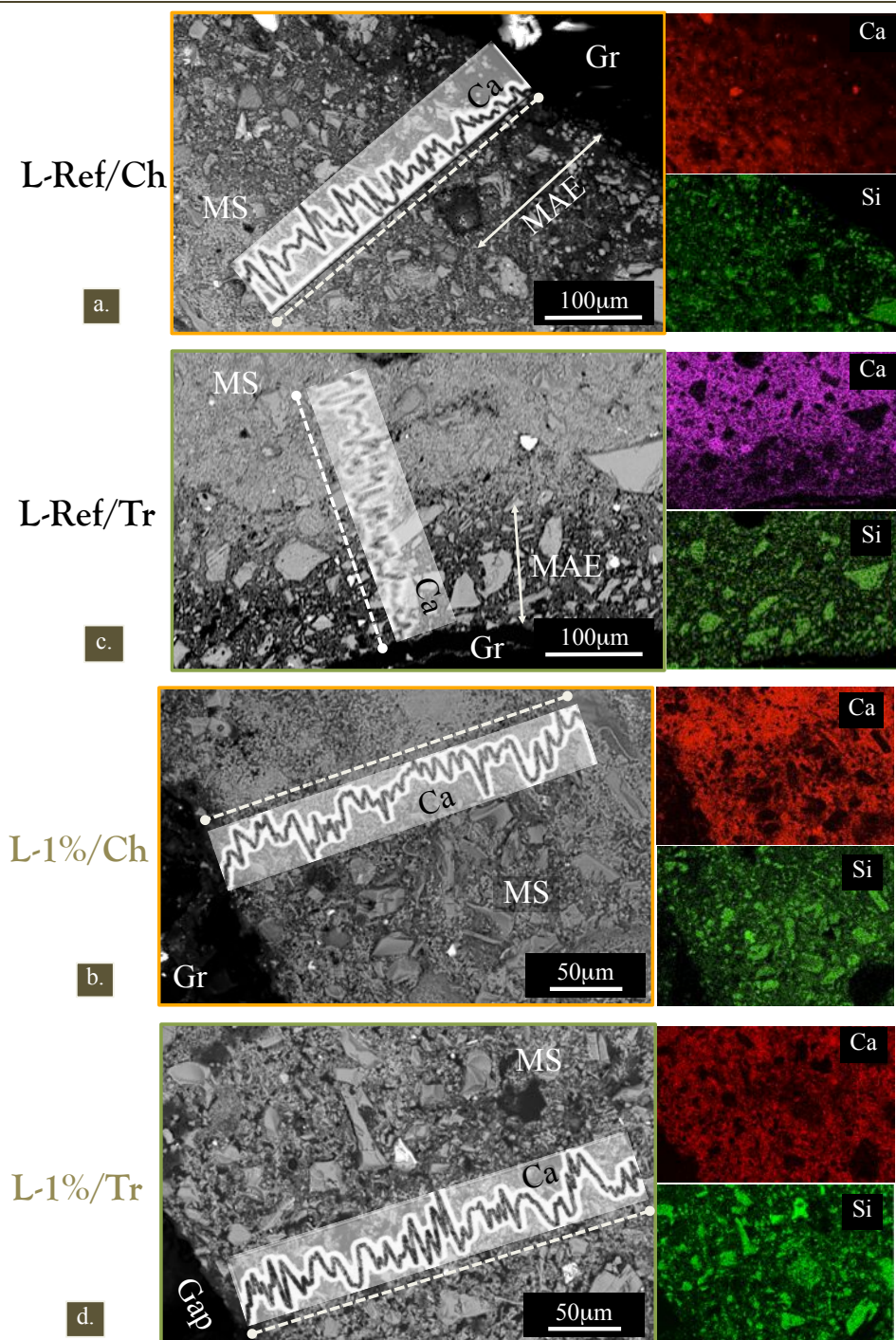


Figure III. 57. Observation au MEB en électrons rétrodiffusés et analyse EDX de l'interface formée autour des particules dans les échantillons L-Ref/Ch (a), L-Ref/Tr (b), L-1%/Ch (c) et L-1%/Tr (d). Gr : Granulat, MS : Matrice saine, MAE : Matrice affectée côté épiderme.

Dans le chapitre précédent (cf. Chapitre VI:III.2.3), nous avons vu à qu'une particule végétale de chènevotte ou de tournesol plongée dans le liant de référence engendrait après 60 jours de cure endogène une zone de matrice dite affectée (MA) de 100 à 200_m d'épaisseur. Cette zone située autour de la particule présente un gradient de concentration en calcium et autre de porosité qui respectivement diminue et augmente à l'approche de la particule (cf. Figure III. 57 a et b).

L'ajout de 1% en masse d'EC dans le liant permet de quasiment supprimer le gradient de calcium (cf. Figure III. 57 c et d). Sur l'éprouvette L-1%/Ch, une augmentation de la porosité est visible sur 50 à 80 μ m. Ce gradient de porosité est plus important avec la particule de tournesol (L-1%/Tr, cf. Figure III. 56d). Il s'agit majoritairement d'une porosité de taille comprise entre 2 et 20 μ m.

II.2.3. Analyse des produits de l'interphase

Une analyse en Infrarouge des poudres fraîches prélevées par grattage à l'interphase liant/particule fournit quelques éléments intéressants (cf. Figure III. 63). Premièrement, que ce soit pour les matrices affectées présentes autour du chanvre ou du tournesol, il est flagrant qu'après 60 jours de cure endogène, la quantité de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ résiduelle n'ayant pas réagi est 2 à 3 fois plus grande que dans la matrice saine. Cette observation s'applique aussi bien aux particules immergées dans le liant L-Ref que dans le liant L-1%.

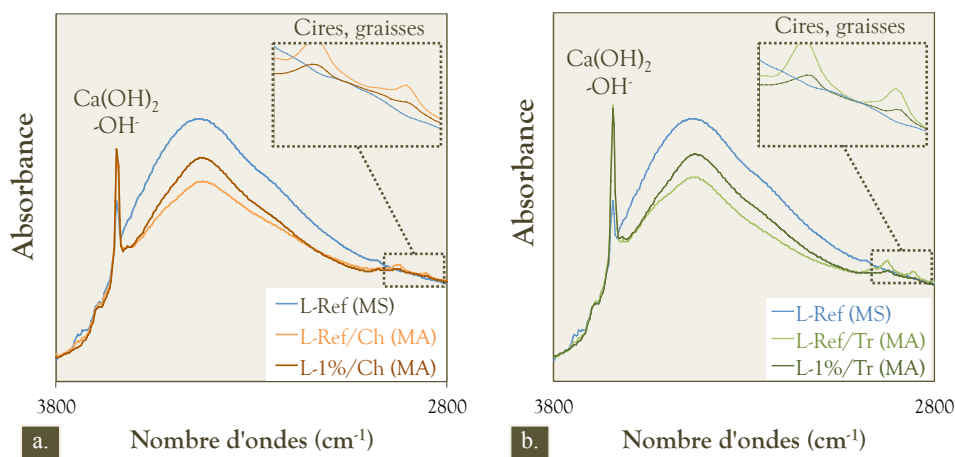


Figure III. 58. Spectres IRTF en transmission obtenus après 60 jours sur la matrice saine (MS) du liant de référence et la matrice affectée (MA) prélevée autour de particules de chanvre (a) et de tournesol (b) immergées dans les liants L-Ref et L-1%.

Deuxièmement, la bande caractéristique de l'eau liée et adsorbée (3600-3100 cm^{-1}) est légèrement plus importante pour les poudres prélevées dans la matrice affectée dès lors que de l'EC est ajouté. Malgré tout, l'intensité de cette bande reste moins importante que dans la matrice saine prélevée sur le liant L-Ref. Troisièmement, le zoom effectué sur les spectres d'absorbance permet d'apercevoir deux pics caractéristiques des vibrations des groupements méthyles (CH_2) à 2850 et 2920 cm^{-1} . Ces vibrations sont dues à la présence

de cires ou graisses et peuvent donc être reliées à la présence du végétal et notamment ses extractibles ayant diffusé à l'interphase.

Sous le coup de cette analyse, on ne peut donc pas considérer que la MA aie une hydratation plus avancée lorsque 1% d'EC est ajouté. Néanmoins, il faut prendre en considérations que les quantités de poudres ayant pu être prélevées lors du grattage sont 3 à 5 fois moins importantes avec le liant L-1%.

II.3. TABLEAU RECAPITULATIF ET DISCUSSION

Tableau III. 18. Tableau récapitulatif des caractéristiques de la ZTI des échantillons L-Ref/Ch, L-1%/Ch, L-Ref/Tr et L-1%/Tr.

Nom de l'échantillon	Gap (MAE*) [μm]	Gradient Ca (MAE) [μm]	Gradient de porosité (MAE) [μm]	Fissures	Extractibles végétaux
BETONS DE CHANVRE					
L-Ref/Ch	≈400	≈150	≈150	Fissure en coin	++
L-1%/Ch	≈50	≈10	≈50	Fissure le long de l'interface	+
BETONS DE TOURNESOL					
L-Ref/Tr	≈100	≈130	≈180	Pas de fissures	++
L-1%/Tr	≈100	≈10	≈100	Fissure intra-particule	+

* MAE : Matrice Affectée en Extérieur de particule

De manière générale, l'impact de l'ajout de 2% en masse d'EC dans l'eau de gâchage sur l'interface liant/végétal est visible de différentes manières (cf. Tableau III.18) :

- ↳ Largeur du gap, ↗ de l'adhésion entre le liant et la particule
- ↳ Largeur du gradient de concentration en calcium
- ↳ Largeur du gradient de porosité
- ↳ Quantité d'extractibles présents dans le liant

La modification des propriétés du liant par les molécules d'EC semble donc avoir l'effet escompté (cf. Chapitre II:III) sur l'interaction entre le liant et la particule végétale poreuse. Ainsi, la disparition du gradient de concentration en calcium et la diminution de la quantité d'extractibles confirment l'hypothèse de réduction de la mobilité particulaire et ionique suite à l'augmentation importante de la viscosité du liquide interstitiel. On peut ajouter à ces observations la possibilité que les ions Ca^{2+} aient subi une chélation dans les chaînes polymériques d'EC, mais la preuve n'est pas apportée dans ce travail.

Par ailleurs, la diminution de la porosité à l'approche de la particule souligne la capacité du liant adjuvanté à résister à la pression capillaire, responsable de la filtration du liquide interstitiel vers la particule. La forte capacité de rétention en eau mesurée sur la pâte de liant L-1% et la baisse de tension superficielle du liquide interstitiel observée en sont les moteurs. Cette forte capacité de rétention en eau, à la base d'échanges en eau plus limités, couplée à la fixation des chaînes polymériques en surface de la particule végétale expliquent l'aptitude de l'EC à améliorer nettement l'adhésion interfaciale. La qualité de l'interface est au final indéniablement accrue, peu importe le granulat, ce qui pourrait se répercuter sur les propriétés mécaniques des agrobétons adjuvantés.

III. CARACTERISTIQUES MULTI-PHYSIQUES D'AGROBETONS UTILISANT UN LIANT ADJUVANTE

III.1. FABRICATION DES EPROUVETTES DE BETON

III.1.1. Formulation des mélanges

Les formulations incluant l'éther de cellulose (EC) de type MHEC présentent, au même titre que celles étudiées dans le Chapitre VI, un **dosage de type mur** comme défini dans les règles professionnelles [FFB 09]. Deux rapports liant/granulat (L/G) sont ici testés : 2 et 2,5. Les agrobétons réalisés avec un rapport L/G de 2 ont fait l'objet d'une mise en forme avec une masse volumique fraîche constante fixée à 800kg.m^{-3} pour les agrobétons de chanvre et 770kg.m^{-3} pour ceux de tournesol (cf. Chapitre 3:III.1.3).

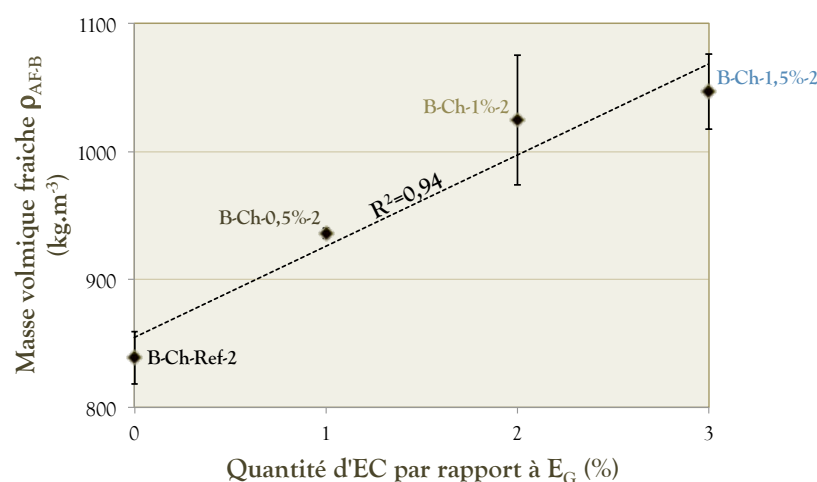


Figure III. 59. Masse volumique fraîche ρ_{AFB} des bétons B-Ch-Ref-2, B-Ch-0,5%-2, B-Ch-1%-2 et B-Ch-1,5%-2 en fonction de la quantité d'éther de cellulose ajouté par rapport à l'eau de gâchage.

Les mélanges présentant un rapport **L/G de 2,5** arrivent en complément et n'ont été testés que sur des **éprouvettes cylindriques Ø11x22cm³** et uniquement avec la **chènevotte** comme granulat. Leur mise en forme a suivi le même protocole à l'exception de la quantité à introduire qui n'a pas été imposée mais induite par la force de compactage imposée par l'expérimentateur. La masse volumique fraîche ρ_{AF-B} obtenue est alors un indicateur de la compactabilité du mélange. Cette masse volumique croît linéairement (cf. Figure III. 68) avec le taux d'EC apporté à l'eau de gâchage (EC/E_G) en raison de l'augmentation de la viscosité et probablement du seuil de cisaillement de la pâte de liant. Le retour élastique des particules est ainsi contenu et la compactabilité accrue.

Tableau III. 19. Récapitulatif des masses volumiques de chaque constituant dans les mélanges élaborés et masse volumique fraîche et sèche du béton visées.

Nom de la formulation	Masse volumique des constituants [kg.m ⁻³] / Rapport massique des constituants avec le granulat [%]						Masses volumiques visées [kg.m ⁻³]	
	Liant	Granulat	Na ₂ SO ₄ + EC	E _P	E _G	EC/E _G	ρ_{AF-B}	ρ_{AO-B}
BETONS DE CHANVRE								
B-Ch-Ref	300,2	150,1	12 + 0	187,6	150,1	-	800	492,7*
	100%	50%	4% + 0%	62,5%	50%	-	-	-
B-Ch-0,5%	299,6	149,8	12 + 1,5	187,3	149,8	1	800	493,3*
	100%	50%	4% + 0,5%	62,5%	50%	-	-	-
B-Ch-1%	299	149,5	12 + 3	186,9	149,5	2	800	493,8*
	100%	50%	4% + 1%	62,5%	50%	-	-	-
B-Ch-Ref-2	-	-	-	-	-	-	-	-
	100%	40%	4% + 0%	50%	50%	-	-	-
B-Ch-0,5%-2	-	-	-	-	-	1	-	-
	100%	40%	4% + 0,5%	50%	50%	-	-	-
B-Ch-1%-2	-	-	-	-	-	2	-	-
	100%	40%	4% + 1%	50%	50%	-	-	-
B-Ch-1,5%-2	-	-	-	-	-	3	-	-
	100%	40%	4% + 1,5%	50%	50%	-	-	-
BETONS DE TOURNESOL								
B-Tr-Ref	288,9	144,5	11,6 + 0	180,6	144,5	-	770	474,2*
	100%	50%	4% + 0%	62,5%	50%	-	-	-
B-Tr-0,5%	288,4	144,2	11,5 + 1,44	180,2	144,2	1	770	474,8*
	100%	50%	4% + 0,5%	62,5%	50%	-	-	-
B-Tr-1%	287,8	143,9	11,5 + 2,88	179,9	143,9	2	770	475,3*
	100%	50%	4% + 1%	62,5%	50%	-	-	-

*Estimation tenant compte d'une évaporation de 91% de l'eau apportée au mélange [EVR 08]

III.1.2. Description des mélanges

La cohésion des mélanges adjuvantés avec l'éther de cellulose, particulièrement le dosage de 1%, permet un démoulage immédiat, le retour élastique des particules végétales compactées étant maintenu par un plus haut seuil de cisaillement et une viscosité accrue de la pâte. Un test simple pour se rendre compte de l'effet de l'EC consiste à former manuellement une boulette de chaque mélange. Ce test démontre visuellement l'aptitude de cet ajout maintenir la forme de la boulette et rendre la pâte collante (cf. Tableau III. 20).

Cette forte cohésion impacte directement les éprouvettes après séchage (cf. Figure III. 60). Le béton B-Ch-1% (cf. Figure III. 60b) apparaît plus inhomogène et les particules plus largement agglomérées que sur le béton de référence B-Ch-Ref (cf. Figure III. 60a). Cette modification d'aspect est moins visible mais existe également sur le béton de tournesol B-Tr-1% (cf. Figure III. 60d).



Figure III. 60. Photographies de la surface des bétons de chanvre (B-Ch-Ref (a) et B-Ch-1%

(b)) et de tournesol (B-Tr-Ref (c) et B-Tr-1% (f)).

Tableau III. 20. Caractéristiques des mélanges réalisés avec le liant de référence et le liant adjuvanté avec 1% d'EC.

Nom de la formulation	Homogénéité	Texture, maniabilité	Aptitude au compactage	Aspect après démoulage
BETONS DE CHANVRE				
B-Ch-Ref	Homogène	Non collante, moyennement cohésive	Moyenne	Arrêtes nettes, surface homogène
B-Ch-1%	Forte tendance à l'agglomération	Très collante, très cohésive	Excellente	Surface très inhomogène (trous) et rugueuse
BETONS DE TOURNESOL				
B-Tr-Ref	Homogène	Non collante, moyennement cohésive	Moyenne	Arrêtes nettes, surface très homogène
B-Tr-1%	Forte tendance à l'agglomération	Très collante, très cohésive	Excellent	Arrêtes nettes, surface homogène

III.1.3. Suivi du séchage

La capacité de rétention en eau des EC est appréciée pour élaborer des mortiers ou bétons qui évitent un départ prématuré de l'eau de gâchage dû à des conditions de cure sévères. Cet effet est visible lors du séchage des agrobétons, sa durée augmentant proportionnellement au dosage en EC, et peu importe la ressource utilisée (cf. Figure III. 61). Le processus d'évacuation de la vapeur d'eau reste diffusif et s'effectue de ce fait selon une cinétique en racine du temps. La stabilisation hydrique de toutes les éprouvettes (chanvre et tournesol) est atteinte avant 60 jours.

De manière générale, entre 91 et 94% de l'eau totale apportée au mélange est évacuée. La formation des hydrates pouzzolaniques ne nécessite en effet que peu d'eau par rapport à une réaction d'hydratation classique (cf. Tableau III. 21). L'observation faite par Evrard [EVR 08] concernant un taux d'évacuation de 91% de l'eau apportée au mélange est donc vérifiée et le séchage permet d'atteindre les masses volumiques visées (490kg.m⁻³ pour les bétons de chanvre, 460kg.m⁻³ pour les bétons de tournesol).

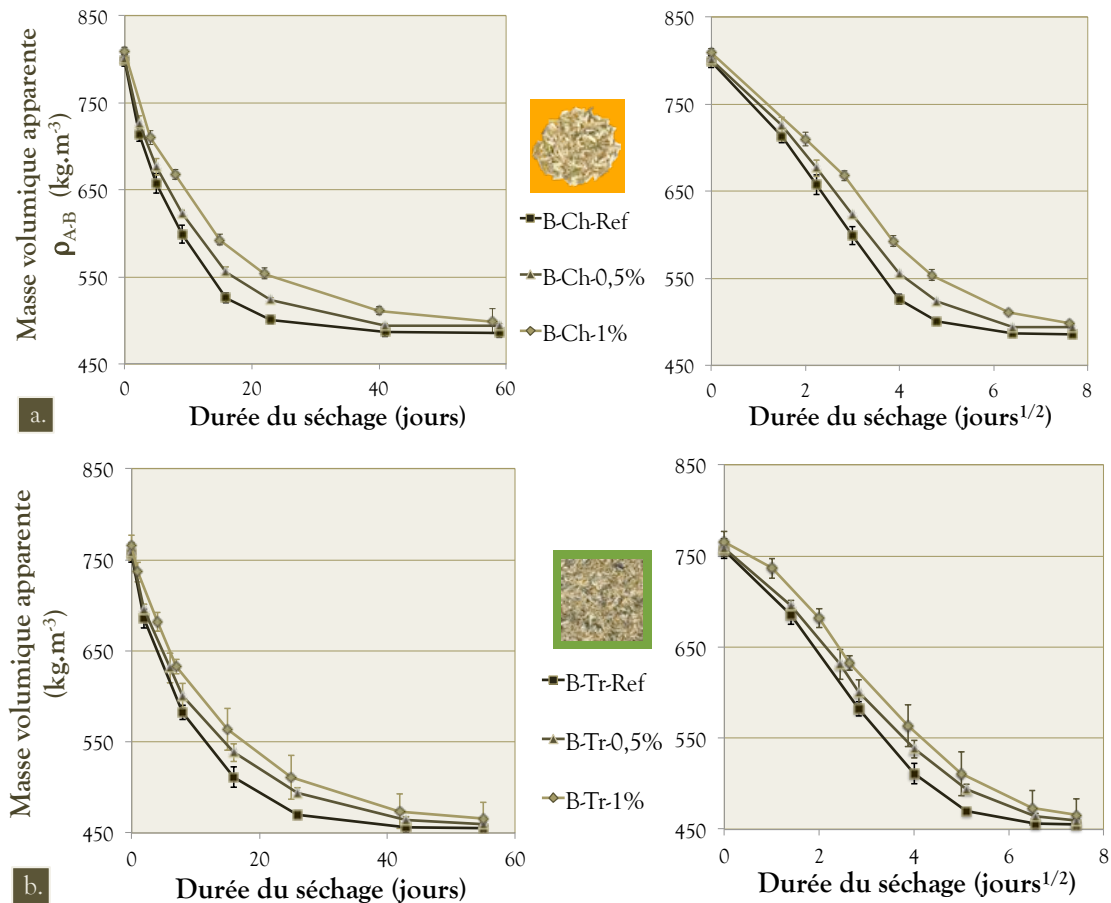


Figure III. 61. Courbes de séchages d'éprouvettes $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ réalisées avec les formulations de béton adjuvantées de chanvre (a) et de tournesol (b).

III.1.4. Porosités à l'équilibre hydrique

Les masses volumiques et porosités des mélanges élaborés sont répertoriées dans le Tableau III. 21, la démarche d'estimation étant détaillée en Annexe B.1. La porosité totale $n_{\text{TOT-B}}$ des bétons secs est de 78,4% pour le béton de chanvre B-Ch-Ref et de 79,9% pour le béton de tournesol B-Tr-Ref. Elle permet de remonter aux trois porosités caractéristiques des bétons de végétaux $n_{\text{IA-G}}$, $n_{\text{IA-L}}$ et $n_{\text{IE-G}}$ (cf. Chapitre I:II.2.), dont l'estimation souffre d'un certain nombre de problèmes :

✎ Etant donné l'impact du contact entre le liant et la particule sur la microstructure de la pâte, l'estimation de la porosité $n_{\text{IA-L}}$, basée sur la porosité du liant sec $n_{\text{TOT-L}}$, est certainement entachée d'erreurs ;

✎ La très **grande ductilité des particules de moelle** de tournesol induit leur **écrasement pendant le malaxage et la mise en forme**. Celui-ci est clairement visible puisque le calcul aboutit à une porosité inter-granulaire $n_{\text{IE-G}}$ **négative**. Au final, $n_{\text{IE-G}}$ est sous estimé tandis que $n_{\text{IA-G}}$ est surestimé.

✎ Le fort seuil de cisaillement des pâtes de liant adjuvantées permet de contenir le retour élastique des particules lors du compactage, générant un

écrasement des particules de chènevotte des bétons B-Ch-0,5%-2, B-Ch-1%-2 et B-Ch-1,5%-2. Là encore, n_{IEG} est sous estimé tandis que n_{IA-G} est surestimé.

Le phénomène d'**écrasement des particules végétales**, déjà observé sur les mélanges de Nguyen [NGU 09-1] (cf. Chapitre I:II.2), est également vérifié dans ce travail. Il est dès lors **difficile d'estimer correctement les porosités** spécifiques des bétons concernés.

Tableau III. 21. Tableau récapitulatif des masses volumiques apparentes et porosités des bétons adjuvantés à l'état frais et ayant atteint l'équilibre hydrique ($35 \pm 5\%HR$, $20 \pm 0,1^\circ C$).

Nom de la formulation	Etat frais ρ_{AF-B} [kg.m ⁻³]	Eq. hydrique ρ_{AO-B} [kg.m ⁻³]	Eau évacuée durant le séchage [%]	n_{IA-G} [%]	n_{IA-L} [%]	n_{IEG} [%]	n_{TOT-B} [%]
BETONS DE CHANVRE							
B-Ch-Ref	798,7 $\pm 7^*$	483,9 $\pm 6^*$	93	48,7	15,8	13,9	78,4
B-Ch-0,5%	803 ± 18	491,9 ± 11	91	48,6	17,1	12,4	78,1
B-Ch-1%	809,3 ± 5	494,5 ± 4	91,3	48,5	17,5	12	78
B-Ch-Ref-2	838,7 ± 42	517,6 ± 20	93,4	44,6	18,1	14,9	77,6
B-Ch-0,5%-2	940,9 ± 18	592,2 ± 12	90,6	49,9	21,2	3	74,1
B-Ch-1%-2	988,6 ± 43	599,6 ± 22	96,4	54,2	23,3	-4,1	73,4
B-Ch-1,5%-2	1046,8 ± 59	653,4 ± 38	92,2	55,3	23,8	-7,4	71,6
BETONS DE TOURNESOL							
B-Tr-Ref	756,9 ± 10	455,3 ± 6	94,3	66,2	15,2	-1,6	79,9
B-Tr-0,5%	759 ± 10	459,6 ± 2	93,6	66,1	16,4	-2,9	79,6
B-Tr-1%	765 ± 12	465,8 ± 18	93	66	16,8	-3,5	79,3

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

III.1.5. Absorption capillaire à l'équilibre hydrique

Nous avons vu au §I.3 l'aptitude d'une adjuvantation avec de l'EC à limiter l'absorption d'eau par capillarité. Il s'agit là d'une propriété bienvenue lors d'une situation de contact, telle qu'une inondation. Les agrobétons B-Ch-Ref et B-Tr-Ref possèdent respectivement des coefficients d'absorption C_A de 28,1 et 33,6 g.m⁻².s^{-1/2} en contact avec l'eau (cf. Figure III. 62). En comparaison, l'étude de Wirquin et al. [WIR 00] rapporte pour un protocole identique des coefficients allant de 0,8 à 4 g.m⁻².s^{-1/2} pour différentes formulations de bétons classiques.

Il est intéressant de noter que l'aptitude du liant à limiter la propagation de l'eau liquide est également observée sur les agrobétons adjuvantés. Le coefficient d'absorption C_A chute ainsi respectivement de 39 et 45% pour les éprouvettes B-Ch1% et B-Tr-1% par rapport aux références B-Ch-Ref et B-Tr-Ref. Si le coefficient d'absorption C_A reste élevé par rapport au béton, l'utilisation d'EC permet de limiter l'absorption capillaire.

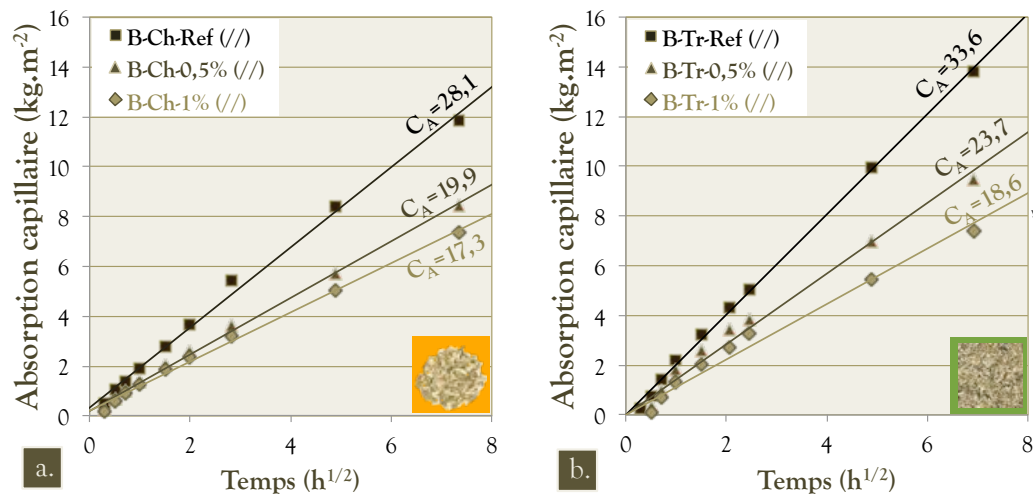


Figure III. 62. Courbe d'absorption par capillarité des éprouvettes de béton de chanvre (a) et de tournesol (b) adjuvantées ou non avec l'éther de cellulose.

III.2. PROPRIETES THERMIQUES

III.2.1. Effet de l'ajout d'EC et de l'orthotropie

L'impact de l'ajout d'EC sur la conductivité thermique des bétons élaborés à masse volumique fixée est limité (cf. Figure III. 63). Ainsi, lorsque la conductivité est mesurée entre deux faces perpendiculaires à la face compactée (λ_{\perp} , conditions mur banché), quasiment aucune variation n'est visible entre les éprouvettes, ce quelque soit le végétal. Dans cette direction de flux thermique, λ_{\perp} s'établit à $0,13 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour les bétons de chanvre et $0,12 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour les bétons de tournesol. Lorsque la conductivité est mesurée entre deux faces parallèles à la face compactée ($\lambda_{//}$, conditions mur projeté), des augmentations respectives de 7 et 13% sont mesurées sur les bétons de chanvre (B-Ch-1%) et de tournesol (B-Tr-1%) lorsque 2% d'EC sont ajoutés à l'eau de gâchage.

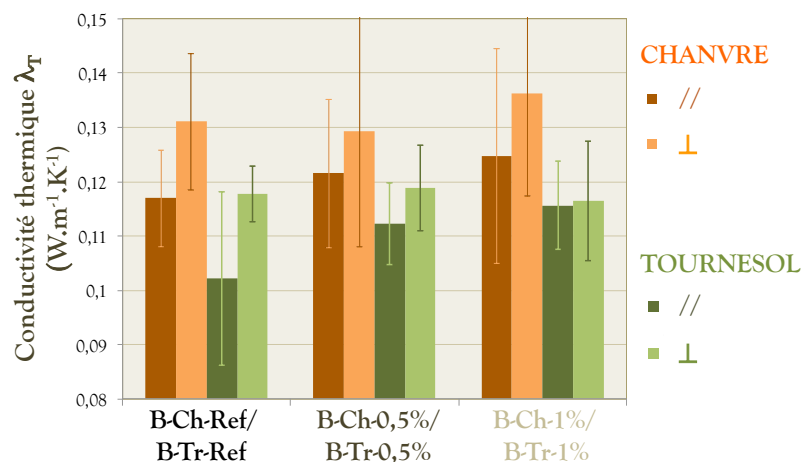


Figure III. 63. Conductivité thermique au fil chaud des bétons de chanvre et tournesol adjuvantés avec l'éther de cellulose (stabilisés à $35 \pm 5\% \text{ HR}$) mesurée sur les faces parallèles et perpendiculaires au plan de compactage.

L'anisotropie thermique engendrée par le compactage est équivalente pour tous les mélanges à base de chanvre, un écart de 10% étant visible entre λ_{\perp} et $\lambda_{//}$. Un écart similaire est visible sur l'éprouvette B-Tr-Ref mais diminue avec l'ajout d'EC. Ainsi pour B-Tr-1%, aucune variation notable n'est décelable. L'écrasement probable de la moelle pendant le malaxage et la facilité de compactage observée lors de la mise en œuvre sont en effet à l'origine d'une réorganisation structurale moins marquée. Pour une analyse plus détaillée sur l'orthotropie des agrobétons, le lecteur pourra revenir au Chapitre VI:IV.2.3.

Tableau III. 22. Récapitulatif des propriétés thermiques des bétons de chanvre et de tournesol confectionnés avec des particules traitées.

Nom de la formulation	Orientation de la sonde**	$\lambda_{T-35\%HR}$ [W.m ⁻¹ .K ⁻¹]	λ_{T-0}^{***}	e_{T-0}^{***} [W.s ^{1/2} .m ⁻² .K ⁻¹]	c_{T-0}^{***} [J.kg ⁻¹ .K ⁻¹]
BETONS DE CHANVRE					
B-Ch-Ref	⊥ (banché)	0,131 ±0,013*	0,109 ±0,007*	155 ±2*	472
	// (projeté)	0,117 ±0,009	0,098 ±0,004	137 ±4	413
	⊥ → //	-10,8%	-10,5%	-11,5%	-12,5%
B-Ch-0,5%	⊥	0,129 ±0,021	0,109 ±0,009	141 ±17	384
	//	0,121 ±0,02	0,103 ±0,01	133 ±6	363
	⊥ → //	-6%	-5%	-5,2%	-5,4%
B-Ch-1%	⊥	0,136 ±0,019	0,113 ±0,008	147 ±5	400
	//	0,125 ±0,02	0,108 ±0,01	141 ±9	386
	⊥ → //	-8,4%	-3,9%	-3,7%	-3,6%
BETONS DE TOURNESOL					
B-Tr-Ref	⊥	0,118 ±0,005	0,108 ±0,01	150 ±12	479
	//	0,102 ±0,017	0,094 ±0,007	129 ±9	405
	⊥ → //	-13,2%	-12,5%	-14%	-15,5%
B-Tr-0,5%	⊥	0,119 ±0,008	0,105 ±0,006	144 ±12	449
	//	0,112 ±0,008	0,104 ±0,004	138 ±2	416
	⊥ → //	-5,5%	-0,3%	-3,9%	-7,4%
B-Tr-1%	⊥	0,116 ±0,011	0,106 ±0,005	147 ±22	453
	//	0,116 ±0,008	0,106 ±0,002	146 ±15	449
	⊥ → //	-0,7%	0%	-0,5%	-0,9%

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

** Orientation des faces entre lesquelles est insérée la sonde par rapport au plan de compactage

*** λ_T : Conductivité thermique, e_T : Effusivité thermique, c_T : Capacité calorifique.

III.2.2. Influence de la masse volumique

Si l'ajout d'EC n'a que peu d'impact sur la conductivité thermique de bétons à masses volumiques finales fixées, il n'en est rien dès que le compactage est réalisé à **contrainte fixée** (éprouvettes B-Ch-Ref-2, B-Ch-0,5%-2, B-Ch-1%-2 et B-Ch-1,5%-2). L'augmentation de masse volumique engendrée par la plus forte compactabilité des éprouvettes (cf. Figure III. 64) génère une augmentation réciproque de la conductivité thermique, ici mesurée dans le plan parallèle au plan de compactage (λ_{\perp} , **configuration mur projeté**). La tendance de cette augmentation suit la tendance des lois de type $\{\lambda = f(\rho_{A-B}) + k\}$ observées par plusieurs auteurs [CER 05, NGU 09-1]. Notons toutefois que les résultats des travaux de Nguyen et Cerezo ont été obtenus avec la technique de référence, à savoir la plaque/boite chaude gardée. Le fil chaud, utilisé dans ce travail, impose des incertitudes supplémentaires dues au caractère localisé de la mesure (cf. Chapitre VI:IV.2.1).

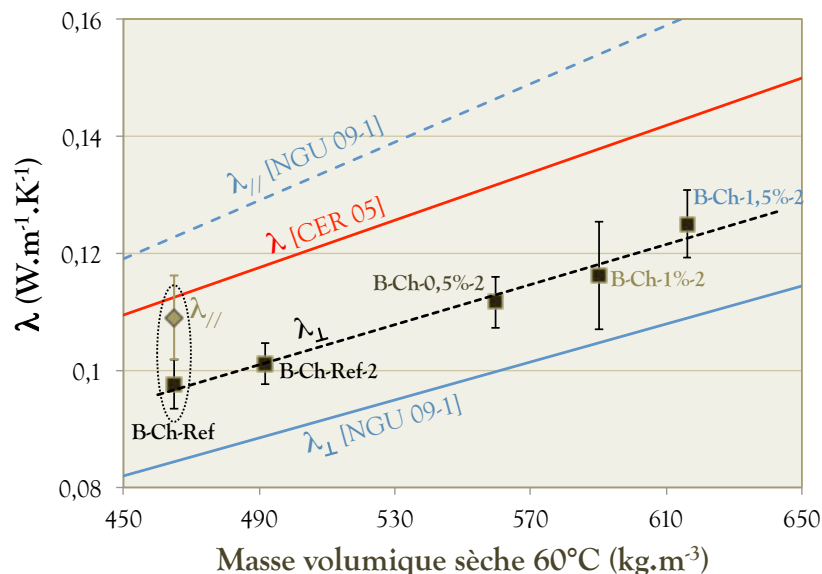


Figure III. 64. Conductivité thermique λ_{\perp} (fil chaud) de bétons de chanvre adjuvantés ou non avec l'éther de cellulose (compactage manuel, séchage à $60 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$, $<4\%\text{HR}$) mesurée sur des faces parallèles au plan de compactage. Comparaison avec les tendances trouvées par Cerezo [CER 05] et Nguyen [NGU 09-1] dans leurs travaux de thèse.

Les résultats de mesure de λ_{\perp} sont situés entre ceux de Cerezo [CER 05] obtenus sur un échantillon massif et ceux de Nguyen [NGU 09-1] obtenus quand la propagation du flux est réalisé perpendiculairement au plan de compaction (λ_{\perp} , configuration mur projeté). Ce résultat n'est pas aberrant car le compactage réalisé ici n'est pas aussi marqué que celui effectué par Nguyen sur ses échantillons. Par ailleurs, la conductivité thermique $\lambda_{//}$ (configuration mur banché) de l'éprouvette B-Ch-Ref est très proche de la courbe de Cerezo ce qui confirmerait la tendance dans le cas d'une éprouvette faiblement compactée. Il n'est cependant pas indiqué dans le rapport fait par cet auteur la direction dans laquelle a été transmis le flux thermique par rapport à la direction de compactage.

III.3. PROPRIETES MECANIQUES

III.3.1. Effet de l'ajout d'EC et de l'orthotropie sur les performances mécaniques à masse volumique fixée

Afin de prendre en compte l'anisotropie générée par un compactage manuel, les éprouvettes testées dans ce point sont des cubes $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$. Pour une première analyse du comportement orthotrope des bétons de végétaux étudiés ici, le lecteur pourra se référer au Chapitre VI:IV.2.3.

III.3.1.a. Comportement dans la direction parallèle au compactage

La Figure III. 65 apporte de premières informations quant à l'effet de l'EC sur les résistances mécaniques des bétons de végétaux. Lorsque la sollicitation est effectuée dans la même direction que le compactage (**configuration mur banché**), l'ajout d'EC permet une nette amélioration notamment de la zone élastique.

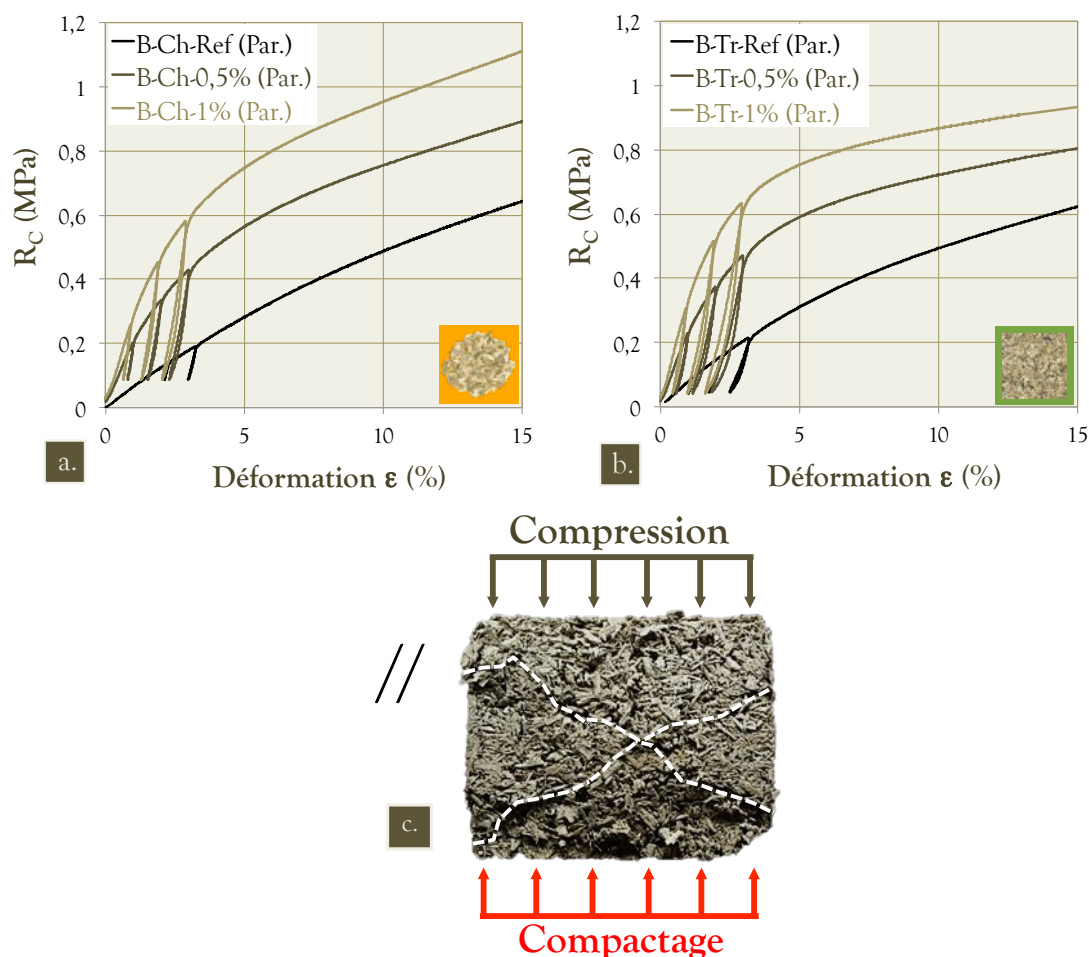


Figure III. 65. Courbes de compression dans la direction parallèle au compactage d'éprouvettes $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ réalisées avec les formulations de béton de chanvre (a) et de tournesol (b) adjuvantées avec l'éther de cellulose MHEC. Faciès de rupture caractéristique de l'essai en configuration mur banché (c).

Lorsque les éprouvettes sont sollicitées dans la même direction que le compactage (configuration mur banché), le comportement mécanique qui en résulte est plus proche d'un essai d'écrasement que de compression. Après une phase élastique qui se termine à environ 1% de déformation, un infléchissement de la courbe est visible sur les éprouvettes adjuvantées jusqu'à 5% de déformation. Cet infléchissement est synonyme d'endommagement progressif et irréversible des ponts de liants entre particules. S'en suit une phase de grandes déformations qui correspond à l'écrasement progressif des particules et à la diminution de la porosité inter et intra-particulaire. On note que cette phase est identique ou proche de celle que subissent les éprouvettes de référence B-Ch-Ref et B-Tr-Ref.

Le type de rupture observé (cf. Figure III. 65c), même s'il ne conduit pas à la destruction de l'éprouvette, est caractéristique de la compression d'un cube de béton. La rupture observée, laisse apparaître une fissuration diagonale de type « sablier » [DEL 08], mais qui semble être influencée par l'orientation parallèle des particules par rapport au plan de compression. Par ailleurs, la rupture n'est pas parfaitement initiée aux coins de l'éprouvette, comme c'est le cas avec le béton [IND 08], mais sous la couche de matériau carbonaté.

III.3.1.b. Comportement dans la direction perpendiculaire au compactage

Lorsque les cubes sont sollicités perpendiculairement à la direction de compaction (**conditions mur projeté**), le type de comportement s'avère identique quelque soit le dosage en EC ou le type de granulat. Les étapes principales sont les suivantes :

- ❧ **Zone élastique homogène ($\epsilon=0-1\%$):** les joints de liants maintenant entre elles les particules végétales sont sollicités ;
- ❧ **Zone de déformation élasto-plastique ($\epsilon=1-3\%$):** les joints de liant rompent progressivement et constituent les premières déformations irréversibles ;
- ❧ **Palier ou rupture progressive élasto-plastique ($\epsilon>3\%$) :** les joints de liants sont entièrement rompus. Les frottements inter-particulaires subsistants permettent de maintenir un palier de contraintes (cf. Figure III. 66a) ou de contenir la diminution de ces contraintes (cf. Figure III. 66b). Il s'agit d'une zone de très grandes déformations.

La rupture de l'éprouvette (cf. Figure III. 66c) laisse apparaître deux plans de rupture parallèles au plan de compactage. Ces deux plans, proches de la surface, sont caractéristiques d'un effet de « peau » dû à une carbonatation de surface. Ils suivent l'orientation longitudinale des particules végétales, générée par le compactage, et sont ainsi le reflet du décollement interfacial qui se produit au cours de la compression. La rupture est initiée aux angles, où les contraintes sont les plus importantes [IND 08], mais l'orientation des particules ne conduit pas à la forme de rupture classique en « sablier » [DEL 08].

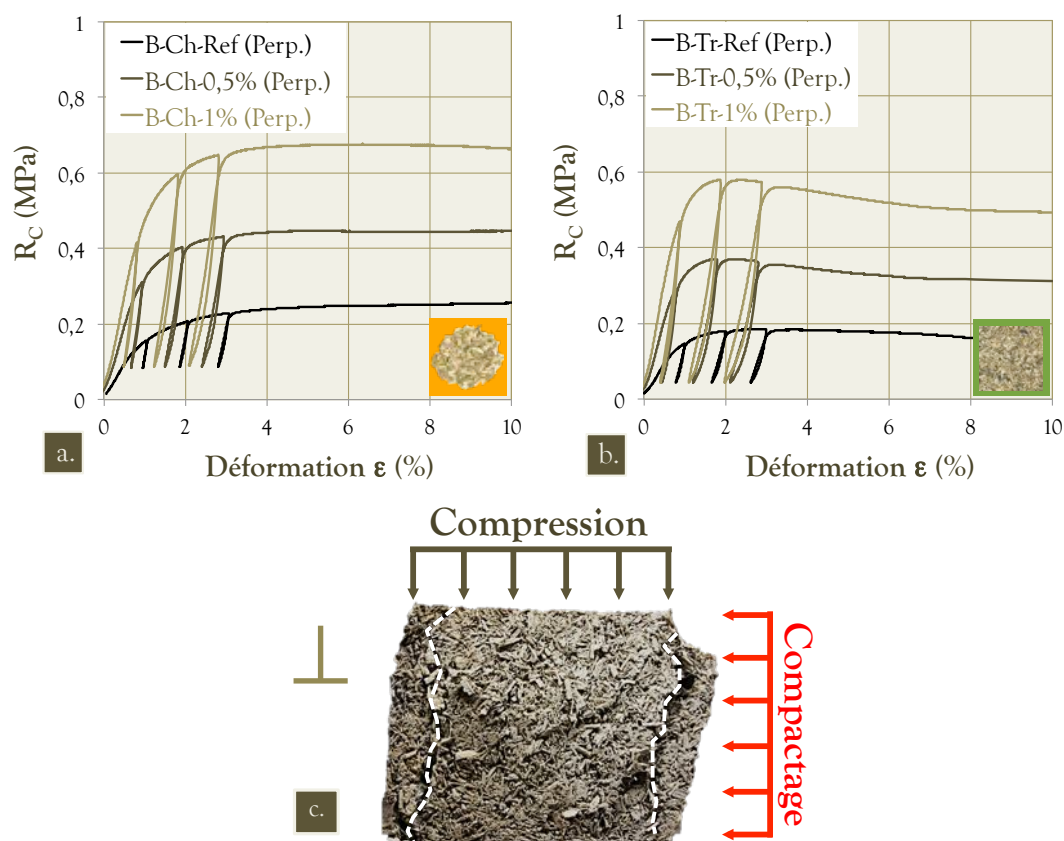


Figure III. 66. Courbes de compression dans la direction parallèle au compactage d'éprouvettes $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$ réalisées avec les formulations de béton de chanvre (a) et de tournesol (b) adjuvantées avec l'éther de cellulose MHEC. Faciès de rupture caractéristique de l'essai en configuration mur projeté (c).

III.3.1.c. Effet de l'éther de cellulose

L'observation de la Figure III. 67 permet d'identifier clairement l'effet de l'EC sur les propriétés mécaniques. Ainsi, le module d'Young et les résistances mécaniques augmentent de façon quasi-linéaire avec la quantité d'EC ajoutée. L'effet est indépendant du type de ressource utilisé.

Dans la **direction parallèle au compactage (configuration mur banché)**, le module d'élasticité E et la résistance en compression à 1% de déformation $R_{C-1\%}$ croissent d'environ 200 à 350% lorsque 2% d'EC sont ajoutés par rapport à l'eau de gâchage (B-Ch-1% et B-Tr-1%). Cette amélioration des propriétés, si elle est toujours visible après 5% de déformation, n'est plus que de 80 à 150% du fait des ruptures irrémédiables des ponts de liants qui aboutissent à un régime d'écrasement progressif commun aux éprouvettes à partir de 3% de déformation.

Dans la **direction perpendiculaire au compactage (configuration mur projeté)**, l'ajout d'EC permet une augmentation du module d'élasticité E et de la résistance $R_{C-1\%}$ de 75 à 120% pour les formulations B-Ch-0,5% et B-Tr-0,5% et 150 à 200% pour les formulations B-Ch-1% et B-Tr-1% (cf. Figure III. 67a). La même tendance est observable

pour la résistance maximale R_{C-MAX} . Les éprouvettes de tournesol B-Tr-0,5% et B-Tr-1% ont ainsi des résistances ultimes respectivement 100% et 200% supérieure à la formulation de référence B-Tr-Ref. Cet effet est moins marqué sur les éprouvettes de chanvre, l'augmentation de B-Ch-0,5% et B-Ch-1% étant respectivement de 60 et 140%.

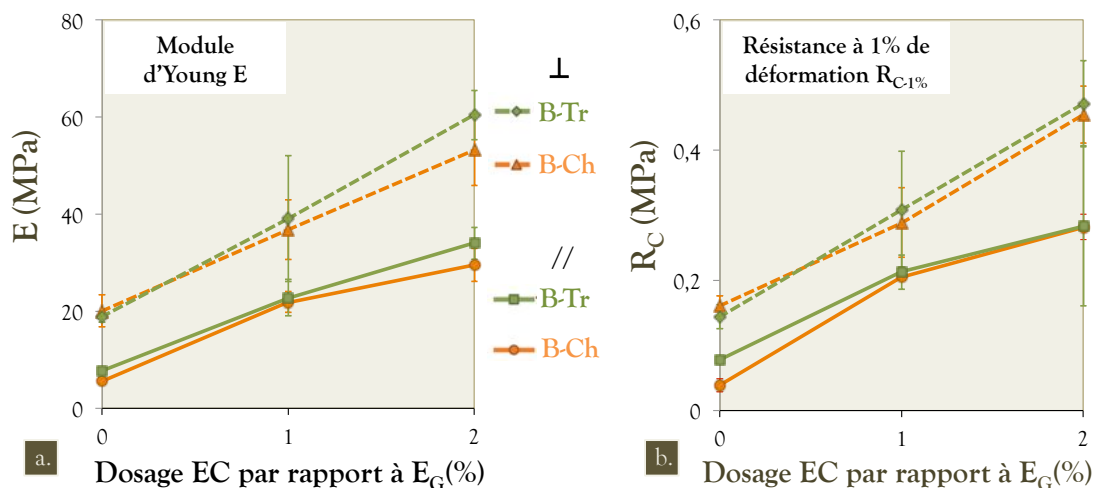


Figure III. 67. Courbes montrant l'influence du dosage en EC par rapport à l'eau de gâchage E_G sur le module d'Young (a) et la résistance mécanique en compression à 1% de déformation (b) des bétons de chanvre et de tournesol élaborés.

III.3.1.d. Tableau récapitulatif et discussion

L'ajout d'éther de cellulose (EC) à hauteur de 1 à 2% par rapport à l'eau de gâchage dans la formulation des agrobétons permet, à masse volumique fixée, une amélioration importante des propriétés mécaniques, particulièrement dans la zone élastique des éprouvettes. Une relation quasi linéaire est observée entre le dosage en EC et cet accroissement des propriétés. Cette augmentation de la rigidité, allant de 150 à 350% (rapport EC/ E_G de 2%) en fonction de la direction de sollicitation des éprouvettes, est le reflet direct de l'amélioration globale de l'interface liant/végétal. Après la rupture complète de ces interfaces ($\epsilon \approx 2-3\%$), ou ponts de liant, les matériaux adjuvantés présentent un comportement qui tend vers celui des bétons de référence. La meilleure qualité d'interphase observée au SII lorsque de l'EC est ajouté s'avère donc un bon indicateur pour anticiper les meilleures performances mécaniques macroscopiques de l'agrobéton.

L'impact de l'orthotropie du matériau sur le comportement mécanique est toujours visible. Néanmoins, il est moins marqué car la plus forte tendance à l'agglomération du matériau, induisant une compactabilité accrue, engendre une réorientation moins forte de la structure particulière du matériau lors de la mise en œuvre. Cette tendance confirme celle déjà visible sur les résultats thermiques. Au final, l'augmentation du module d'Young lorsque l'on passe de la configuration mur banché ($//$) à mur projeté (\perp) passe d'environ 150% pour les bétons B-ChRef et B-Tr-Ref à 40/80% pour les bétons adjuvantés à l'EC.

Tableau III. 23. Récapitulatif des propriétés mécaniques des bétons de chanvre et de tournesol adjuvants avec l'éther de cellulose MHEC.

Nom de la formulation	ρ_{A0-B} [kg.m ⁻³]	Direction de sollicitation**	E _{PENTE} [MPa]	R _{C-1%} [MPa]	R _{C-5%} [MPa]
BETONS DE CHANVRE					
B-Ch-Ref	483,9 ±5,6*	// (banché)	5,6 ±0,3*	0,066 ±0,01*	0,276 ±0,04*
		⊥ (projeté)	20 ±3,3	0,160 ±0,015	0,246 ±0,015
		// → ⊥	+158%	+144%	-11%
B-Ch-0,5%	491,9 ±11,4	//	21,9 ±2,1	0,205 ±0,006	0,553 ±0,017
		⊥	36,8 ±6,1	0,288 ±0,053	0,391 ±0,11
		// → ⊥	+68%	+40%	-29%
B-Ch-1%	494,5 ±3,9	//	29,6 ±3,4	0,282 ±0,02	0,707 ±0,108
		⊥	53,2 ±7,3	0,455 ±0,044	0,640 ±0,066
		// → ⊥	+80%	+61%	-9,6%
BETONS DE TOURNESOL					
B-Tr-Ref	455,3 ±5,5	//	7,7 ±0,5	0,078 ±0,01	0,305 ±0,03
		⊥	18,9 ±1,1	0,144 ±0,018	0,180 ±0,03
		// → ⊥	+144%	+84%	-41%
B-Tr-0,5%	459,6 ±2	//	22,8 ±3,8	0,213 ±0,027	0,569 ±0,037
		⊥	42,7 ±2,3	0,309 ±0,089	0,330 ±0,06
		// → ⊥	+87,8%	+45%	-42%
B-Tr-1%	465,8 ±17,7	//	34 ±3,3	0,319 ±0,017	0,684 ±0,12
		⊥	60,4 ±5,1	0,471 ±0,066	0,493 ±0,072
		// → ⊥	+78%	+48%	-28%

* Intervalle de confiance 2σ (95%)

**Direction de sollicitation en compression par rapport à la direction de compactage

III.3.2. Effet de l'ajout d'EC sur la compactabilité des mélanges et les performances mécaniques

Les essais présentés dans ce point ont été conduits uniquement avec la chènevotte. Les éprouvettes testées sont de dimension Ø11x22cm³ et ont été mise en œuvre soit avec une masse volumique ρ_{A0-B} visée de 490kg.m⁻³ (B-Ch-Ref, B-Ch-0,5% et B-Ch-1%), soit avec une masse volumique imposée par une contrainte de compactage constante (B-Ch-Ref-2, B-Ch-0,5%-2, B-Ch-1%-2 et B-Ch-1,5%-2).

III.3.2.a. Comportement des éprouvettes cylindriques en compression

Le type de comportement observé lors de la compression de cylindres de bétons de chanvre est similaire pour toutes les éprouvettes considérées (cf. Figure III. 68b). Une

phase de compression élastique ($\epsilon < 2\%$) laisse place à un endommagement élasto-plastique progressif jusqu'à atteindre un palier de contrainte aux alentours de 10% de déformation. Ce comportement est donc similaire à celui des cubes compressés dans la même direction que le compactage (cf. Figure III. 68a) à l'exception de la dernière phase qui voit l'écrasement progressif du matériau. L'élancement de 2 des éprouvettes cylindriques implique en effet leur flambement ou leur gonflement à partir de déformations supérieures à 5%. Si c'est également le cas avec les cubes, leur élancement de 1 ne conduit pas à la destruction de la structure du matériau et permet leur écrasement progressif à contrainte croissante.

Les résultats (cf. Figure III. 68b) démontrent une nouvelle fois l'aptitude des EC à améliorer la résistance en compression des mélanges à masse volumique fixée. L'aptitude croissante au compactage lors de l'ajout d'EC de 1 à 3% (B-Ch-0,5%, B-Ch-1% et B-Ch-1,5%) par rapport à l'eau de gâchage entraîne une augmentation supplémentaire de cette résistance et mérite d'être détaillée.

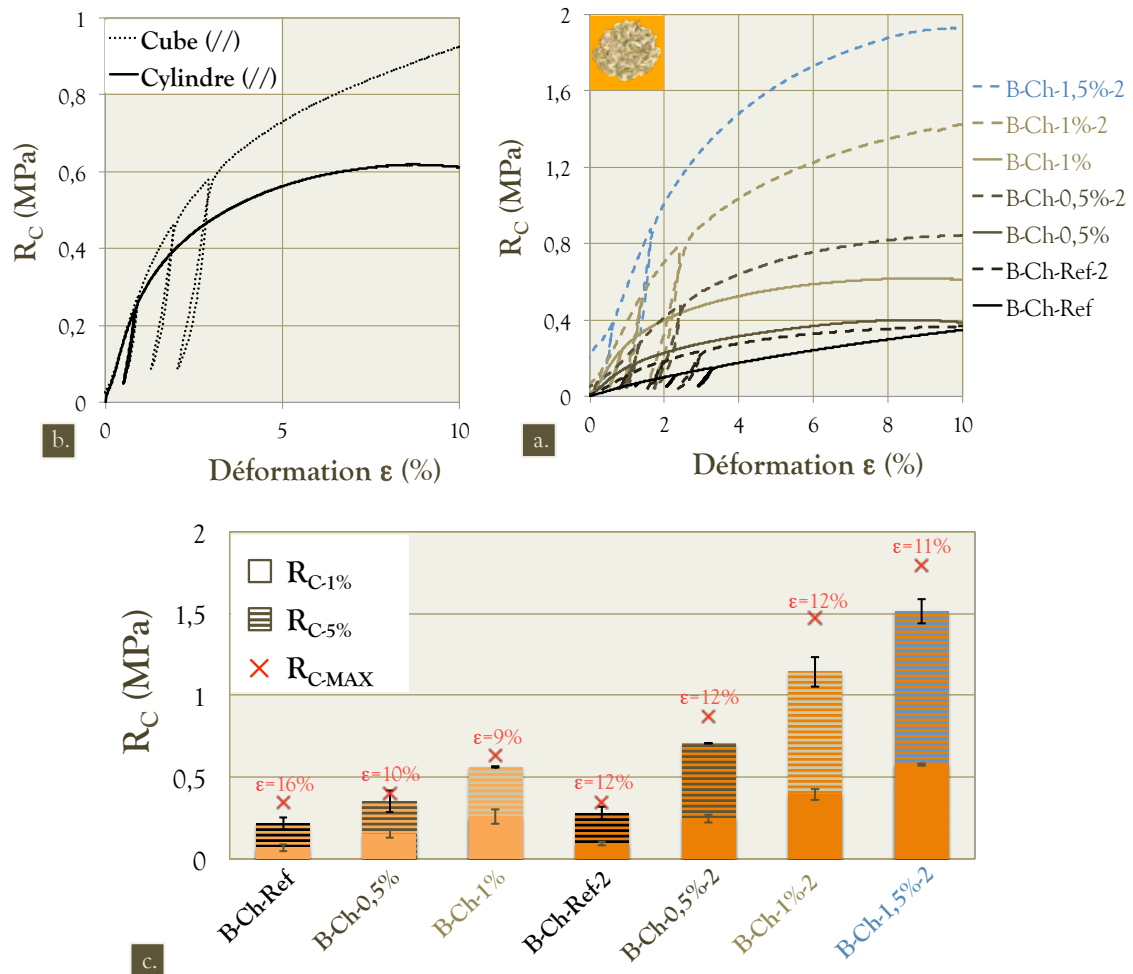


Figure III. 68. Comparaison du comportement en compression d'éprouvettes cylindriques et cubiques (a). Courbes de compression dans la direction parallèle au compactage d'éprouvettes cylindriques Ø11x22cm³ réalisées avec les formulations de béton de chanvre (b) adjuvantées avec l'éther de cellulose MHEC. Diagramme récapitulatif des résistances en compression à 1% et 5% de déformation puis à la rupture de ces mêmes formulations (c).

III.3.2.b. Effet du compactage et de l'accroissement de masse volumique

Il a été observé au §III.1.1 que la masse volumique des bétons de chanvre élaborés (B-Ch-Ref-2, B-Ch-0,5%-2, B-Ch-1%-2 et B-Ch-1,5%-2) croissait quasi-linéairement avec la quantité d'EC ajouté à l'eau de gâchage (rapport EC/E_G). L'augmentation de la viscosité et du seuil de cisaillement de la pâte lors de l'ajout d'EC permet en effet de contenir le retour élastique des particules lors d'une mise en forme par compactage, même manuel.

Il apparaît que l'évolution des propriétés mécaniques (E, R_C) est fortement liée à celle de la masse volumique de celles-ci (cf. Figure III. 69), comme cela a pu être noté par de nombreux auteurs [CER 05, ELF 08, NGU 09-1, MOU 09]. Une corrélation réciproque peut être effectuée entre résistances mécaniques et quantité d'éther de cellulose (EC/E_G) (cf. Figure III. 69a). Néanmoins, il faut également considérer l'accroissement des propriétés mécaniques généré par l'ajout d'EC qui a été mesuré à masse volumique constante des éprouvettes (cf. §III.3.1).

La courbe présentée sur la Figure III. 69b montre que les résultats d'une mise en forme avec une contrainte de compactage fixée de bétons de chanvre incluant un taux croissant d'EC s'éloigne des courbes {R_{C-MAX}=A.ρ_{A0-B}^B} classiquement observées sur les bétons de chanvre [ELF 08]. Si l'on se fie à ces lois, environ 25% de la différence de R_{C-MAX} entre les éprouvettes B-Ch-Ref-2 et B-Ch-1,5%-2 est attribuable à l'augmentation de masse volumique. En d'autres termes, environ 75% de l'amélioration des propriétés mécaniques est dû à l'effet des molécules d'EC sur le mélange, notamment à l'interface liant/végétal.

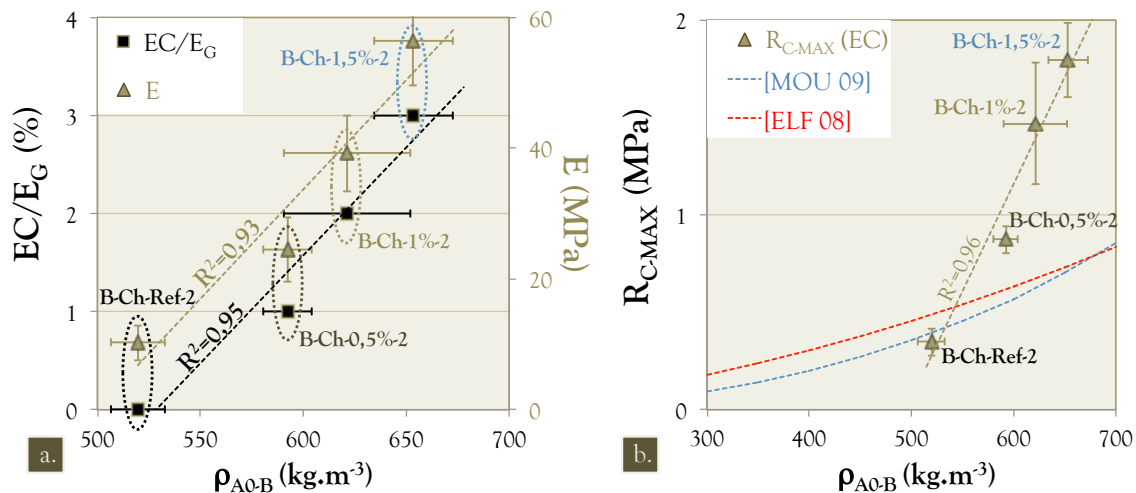


Figure III. 69. Evolution du module d'Young d'éprouvettes Ø11x22 de bétons de chanvre adjuvantés ou non avec l'EC (compactage manuel, séchage à 60±0,1°C, <4%HR) en fonction de leur masse volumique et en comparaison de l'évolution de leur rapport EC/E_G (a).

Evolution de la résistance maximale en compression de ces éprouvettes en comparaison des lois {R_{C-MAX}=A.ρ_{A0-B}^B} [ELF 08, MOU 09].

III.3.2.c. Tableau récapitulatif et discussion

L'ajout d'éther de cellulose (EC) dans la composition des bétons de végétaux accroît de façon intéressante leur aptitude au compactage et permet notamment un démoulage immédiat. A contrainte appliquée équivalente, la masse volumique des éprouvettes se trouve augmentée de façon quasi-linéaire avec la quantité d'EC. Cette relation de linéarité est également visible en ce qui concerne les résistances mécaniques, qui augmentent quasi linéairement avec la quantité d'EC et la masse volumique sèche ρ_{A0B} . L'observation des courbes $R_C=f(\rho_{A0B})$ disponibles dans la littérature pour les bétons de chanvre ne permet de justifier que 25% environ de l'accroissement de $R_{C\text{MAX}}$ par la hausse de ρ_{A0B} . Les 75% restants doivent être attribués à l'amélioration de la gestion de l'eau et de la qualité d'interface par les molécules d'EC.

Tableau III. 24. Récapitulatif des propriétés mécaniques des bétons de chanvre et de tournesol adjuvantés avec l'éther de cellulose MHEC.

Nom de la formulation	ρ_{A0B} [kg.m ⁻³]	Direction de sollicitation**	E_{PENTE} [MPa]	$R_{C-1\%}$ [MPa]	$R_{C-5\%}$ [MPa]	$R_{C\text{MAX}}$ [MPa]
BETONS DE CHANVRE						
B-Ch-Ref	483,9±6*	// (banché)	7,3±3*	0,069±0,02*	0,22±0,04*	0,34±0,12*
B-Ch-0,5%	491,9±11,4	//	17,9±5	0,153 ±0,03	0,35 ±0,07	0,4 ±0,1
B-Ch-1%	494,5 ±4	//	28,6 ±5	0,258 ±0,04	0,56 ±0,01	0,63 ±0,05
B-Ch-Ref-2	517,6 ±20	//	10,2±1,4	0,098 ±0,02	0,28 ±0,04	0,35±0,07*
B-Ch-0,5%-2	592,2±12	//	22,7±2,4	0,230 ±0,03	0,71 ±0,01	0,87 ±0,07
B-Ch-1%-2	599,6±22	//	39,2 ±3	0,391 ±0,03	1,1 ±0,02	1,47 ±0,31
B-Ch-1,5%-2	653,4±19	//	56,4 ±7	0,576 ±0,01	1,5 ±0,08	1,8 ±0,19

* Intervalle de confiance 2 σ (95%)

**Direction de sollicitation en compression par rapport à la direction de compactage

III.3.3. Analyse thermogravimétrique de la matrice après essai

Après les essais de compression à 60 jours, le passant à 80 μm de la matrice des éprouvettes a été prélevé puis analysé directement en ATG (10°C.min⁻¹, Flux d'azote). Les températures de décomposition caractéristiques sont décrites en Annexe B.6.

Une analyse des pertes de masse de échantillons (cf. Figure III. 70) permet de distinguer clairement les prélèvements effectués sur les bétons adjuvantés. Une perte en masse des poudres prélevées sur les éprouvettes B-Ch-1% et B-Tr-1% de 30 à 35% supérieure à celle des éprouvettes de référence est en effet visible. Cette décomposition

plus importante s'explique en plusieurs points résumés dans le Tableau III. 25. Tout d'abord, l'augmentation globale de la quantité d'hydrates (CSH, Ettringite) qui souligne une prise plus importante lorsque l'EC est ajouté au mélange. Notons que la quantité de CSH déshydroxylés autour de 90°C semble supérieure pour les bétons de chanvre que ceux de tournesol. Il faut néanmoins tenir compte du couplage de ce pic avec celui de l'eau libre qui peut fausser l'interprétation.

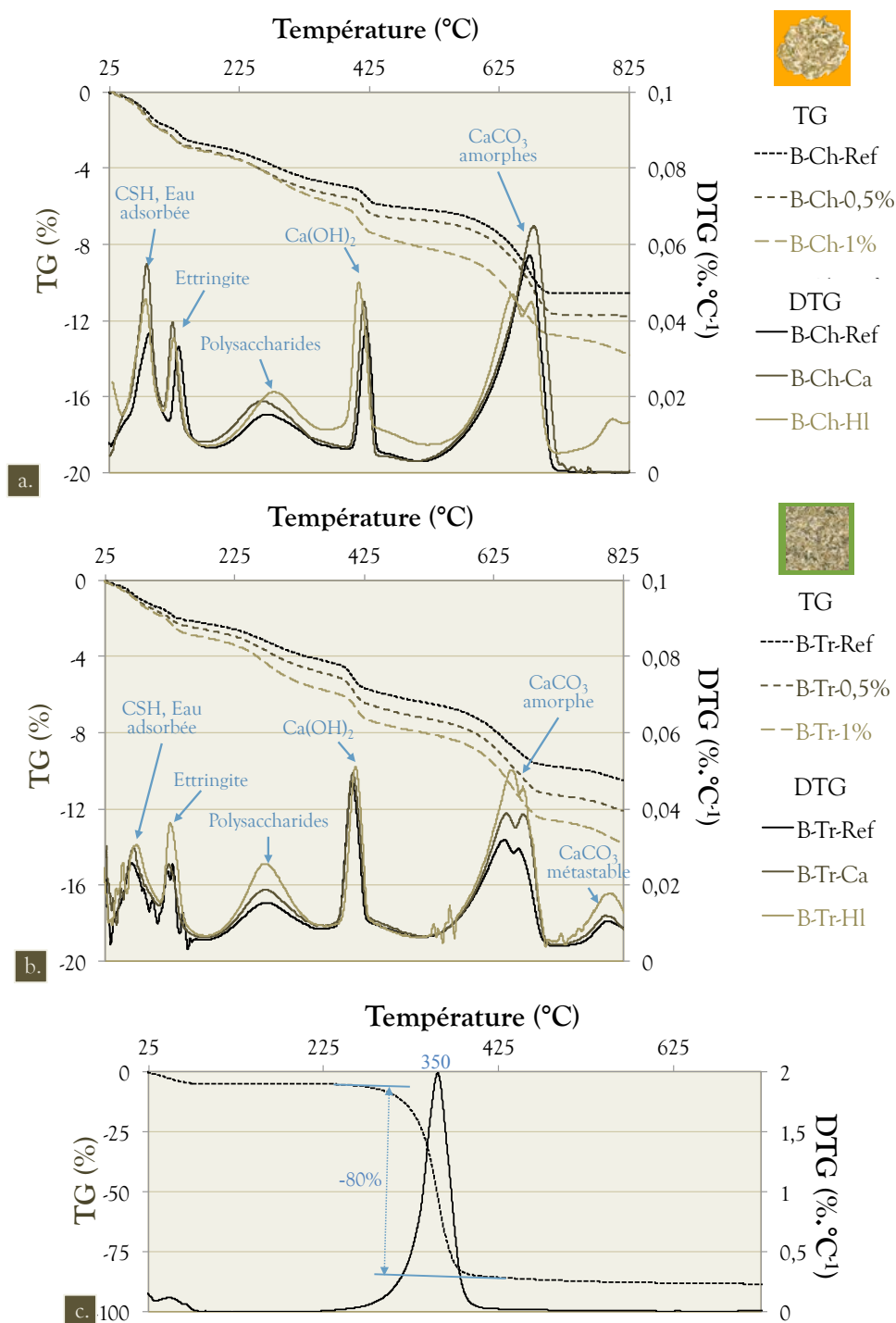


Figure III. 70. Courbes TG/DTG des prélèvements de matrice effectués sur des éprouvettes de béton de chanvre (a) et de tournesol (b) adjuvantées ou non avec de l'EC.

La bande caractéristique de la décomposition des polysaccharides (centrée à 260°C), identifiée au chapitre précédent comme étant due aux fines particules des granulats végétaux, voit son intensité augmenter avec l'ajout d'EC (cf. Tableau III. 25). On peut ainsi faire l'hypothèse d'une **décomposition de l'EC** dans la même gamme de température que les polysaccharides des tiges lignocellulosiques. L'observation du pic de décomposition du MHEC pur, centré autour de 350°C (cf. Figure III. 70c), apparaît à première vue en contradiction avec cette hypothèse. Une telle différence entre la température de décomposition d'un MHEC pur et du même composé dans une pâte cimentaire a toutefois été observée par Knapen et al. [KNA 09]. Des pics centrés autour de 270°C dans des pâtes de ciment contenant des éthers d'amidon peuvent également être identifiés dans le travail de Peschard et al. [PES 06]. Les différences de perte de masse pendant la décomposition des polysaccharides entre les échantillons non adjuvés et adjuvés sont respectivement de 0,6% et 0,7% pour les prélèvements effectués sur les bétons de chanvre et de tournesol. En tenant compte d'une décomposition de 80% de l'EC pur (cf. Figure III. 70c), de la part d'eau liée dans l'échantillon lors de l'hydratation ainsi que des particules fines du granulat végétal présentes dans la matrice, cette perte de masse supplémentaire due uniquement à la présence d'EC est plausible.

L'ajout d'EC dans les mélanges engendre sur la phase de déshydroxylation de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ une perte de masse (Δm_{CH}) plus importante des poudres issues des bétons de chanvre. Cette perte de masse reste en revanche identique entre les mélanges B-Tr-Ref et B-Tr-1%. Il est donc difficile de conclure quoi que ce soit de ce point de vue, d'autant plus que la ligne de base des pics de Portlandite, si elle est identique dans les bétons de tournesol, diffère sur les bétons de chanvre.

La **quantité de carbonates** (Δm_{CC}) présents à cœur des éprouvettes 15x15x15cm, loin d'être négligeable deux mois après la gâchée, **augmente quasi-proportionnellement avec la teneur en EC**. Les quantités formées sont par ailleurs indépendantes du granulat utilisé. L'explication la plus probable à ce phénomène est une **plus grande perméabilité à l'air des bétons adjuvés**. Les EC sont en effet réputés pour améliorer notablement les propriétés de transferts des mortiers, et notamment la perméabilité à l'air [POU 10].

Tableau III. 25. Pertes en masse mesurées sur les courbes TG pour les composés polysaccharidiques (Poly), la Portlandite (CH) et les carbonates (CC).

Nom de la formulation	Δm_{POLY} [%]	Δm_{CH} [%]	Δm_{CC} [%]	$\Delta m_{(\text{CH}+\text{CC})}$ [%]	Δm_{TOTAL} [%]
BETONS DE CHANVRE					
B-Ch-Ref	-1,9	-0,8	-4,3	-5,1	-10,6
B-Ch-0,5%	-2,1	-1	-5	-6	-11,8
B-Ch-1%	-2,5	-1,5	-6,2	-7,7	-14,3
BETONS DE TOURNESOL					
B-Tr-Ref	-1,9	-1,4	-4,1	-5,5	-10,8
B-Tr-0,5%	-2,2	-1,5	-5,2	-6,7	-12,4
B-Tr-1%	-2,6	-1,5	-6,2	-7,7	-14,2

De fait, la perte de masse $\Delta m_{(CH+CC)}$ due à la présence de chaux dans la matrice, sous forme $Ca(OH)_2$ et $CaCO_3$, est de 40 à 50% plus importante pour les poudres prélevées sur B-Ch-1% et B-Tr-1%. Il y a donc eu un transfert de chaux, sous forme d'ions calciums ou de cristaux de Portlandite, nettement moins important lorsque l'EC a été ajouté. Notons que les valeurs répertoriées dans la Tableau III. 25 ne sont pas représentative du mélange car les proportions d'eau liée et de fines issues du granulat végétal ne sont pas maîtrisées.

IV. BILAN DU CHAPITRE VII

Lorsque l'on souhaite réguler les échanges en eau entre une pâte de liant et une particule végétale poreuse, la solution la plus simple techniquement s'apparente à adjuvanter spécifiquement le liant en amont. La partie bibliographique de ce document a ainsi permis d'identifier un type de molécules, les éthers de cellulose (EC), capables de jouer ce rôle de régulateur notamment en augmentant la rétention en eau des mortiers. L'ajout d'un EC de type MHEC sur le liant et les agrobétons de chanvre et de tournesol a été testé dans le cadre de ce Chapitre.

L'étude du liant ponce/chaux adjuvanté avec des rapports massiques EC/E_G ²⁹ variant de 1 à 2% a dès lors permis de vérifier l'aptitude de cet additif à augmenter la rétention en eau de la pâte, **augmenter** jusqu'à un facteur 10 la **viscosité dynamique** de la solution interstitielle et faire **chuter** jusqu'à 43 mN.m^{-1} la **tension superficielle** de cette même solution. L'impact de ces modifications sur l'aptitude d'une particule végétale à absorber par capillarité ce liquide interstitiel s'est cependant avéré minime. Par la suite, l'analyse de la ZTI ou Zone de Transition Interfaciale formée entre les particules lignocellulosiques (chanvre et tournesol) et le liant montre toutefois l'aptitude d'un ajout d'EC à améliorer la qualité d'interface. Trois points principaux sont retenus et rejoignent les hypothèses fixées au Chapitre II:III.2.3 :

✎ une **diminution globale de la largeur de la zone de gap** liant/particule, voire sa disparition, ce qui atteste d'une meilleure adhésion entre ces deux entités. Les chaînes polymériques d'EC, qui forment un réseau réticulé [POU 06] possèdent en effet la capacité de se lier aussi bien avec les particules minérales que végétales [BRU 11].

✎ la **quasi-disparition du gradient de concentration en calcium** qui démontre la capacité du liant à s'opposer au départ des ions Ca^{2+} , en solution dans le milieu interstitiel, vers la particule. **Trois processus** peuvent entrer en jeu. Tout d'abord, la **résistance du liant à la pression capillaire** générée par la particule végétale, qui s'explique par l'augmentation de la rétention en eau du liant mais aussi de la viscosité du liquide interstitiel (Loi de Darcy). Ensuite, la

²⁹ EC/E_G : Ether de Cellulose/Eau de gâchage

diminution de la diffusion des ions Ca^{2+} et des particules en suspension dans le liquide interstitiel dans lequel les chaînes d'EC jouent un rôle de barrière de diffusion dû à leur forte concentration dans le milieu [SHI 99, BEN 09]. Enfin, **l'aptitude des chaînes d'EC à jouer un rôle de chélateur des ions Ca^{2+}** , au même titre que les pectines, empêche leur départ [DUP 99, BOH 01].

↳ la **diminution du gradient de porosité**, que ce soit en largeur ou en intensité. Elle peut s'expliquer par la résistance à l'absorption par capillarité qui empêche la stagnation de l'eau vers l'interface puis l'effet de mur couramment observé autour des granulats du béton [SCR 96, DIA 01]. Par ailleurs, l'augmentation de la viscosité et du seuil de cisaillement de la pâte s'oppose également au déplacement des bulles d'air.

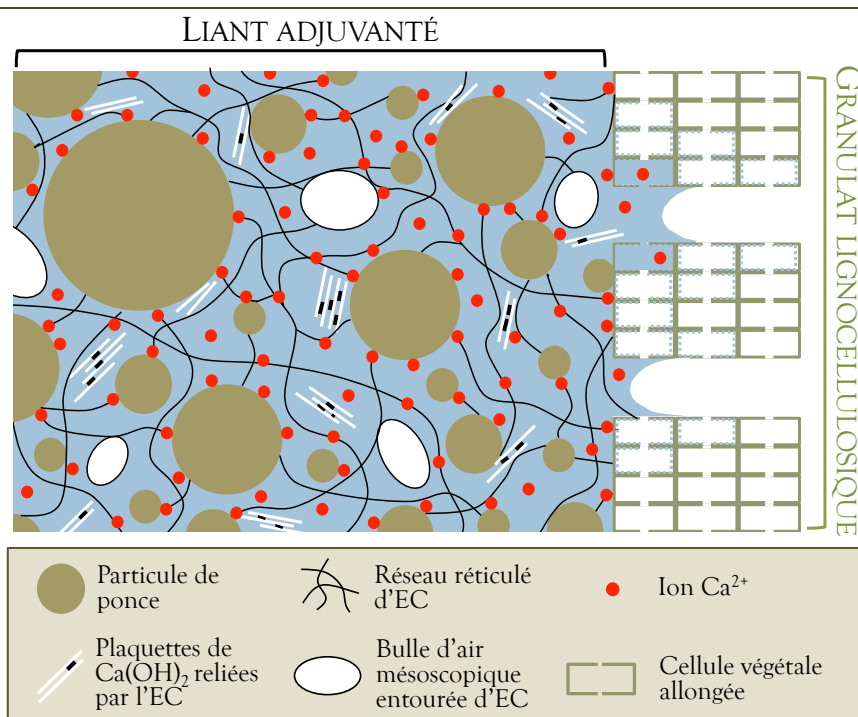


Figure III. 71. Schéma basé sur les hypothèses de comportement des éthers de cellulose (EC) en milieu cimentaire décrivant l'interaction d'une pâte du liant ponce/chaux adjuvanté avec une particule lignocellulosique poreuse au moment de leur mise en contact.

La Figure III. 71 rassemble les éléments d'explication précités et explique l'amélioration de la qualité de la matrice à l'interface en posant **l'hypothèse d'un réseau réticulé et gélifié d'EC qui fige le squelette granulaire, l'eau de gâchage et les ions en suspension et permet ainsi la rétention de l'eau**. Ce réseau réticulé en milieu confiné s'opposerait alors aux forces de capillarité générées par les particules végétales sur le liquide interstitiel. En initiant de multiples points d'accroche entre particules, il est par ailleurs à la base de la forte cohésion interne du liant. Il génère aussi les liaisons à la base de l'adhésion avec les particules végétales adjacentes.

Ces évolutions des propriétés du liant et de l'interface liant/végétal, initiées par **l'ajout d'EC**, ont également eu un effet significatif sur les composites multi-interfaces que

sont les agrobétons. Tout d'abord du point de vue des **mélanges** obtenus qui présentent une **capacité d'adhérence, une viscosité et une tendance à l'agglomération accrues** qui ouvrent des perspectives d'utilisation des agrobétons adjuvantés en tant qu'enduit léger. Ces propriétés sont également à la base de l'aptitude du mélange à contenir le retour élastique des particules, permettant ainsi un **compactage amplifié et un démoulage immédiat**.

Après 60 jours de séchage, les éprouvettes élaborées à **masse volumique constante** présentent des **propriétés thermiques équivalentes quelque soit l'adjuvantation**. En revanche, une augmentation des propriétés mécaniques est mesurée avec l'ajout d'EC. Avec un rapport EC/E_G de 2% **massique**, les éprouvettes voient leur **module élastique s'accroître de 150 à 350%** en fonction du granulat et de la direction de sollicitation. L'analyse post-compression des éprouvettes révèle un poudrage nettement moins marqué que sur les éprouvettes de référence et une **cohésion inter-particulaire**, inexistante auparavant. L'effet de l'isotropie transverse du matériau observé au chapitre précédent est toujours visible mais est moins marqué lorsque l'EC est ajouté. Cette observation est vérifiée aussi bien pour les propriétés mécaniques que thermiques. Il s'agit là d'un effet direct de la forte tendance à l'agglomération des mélanges adjuvantés qui nécessitent un compactage moins important et sont au final moins orientés.

Par ailleurs, cette plus forte compactabilité des mélanges contenant de l'EC entraîne à contrainte de compactage fixe un accroissement de la masse volumique des agrobétons fonction du rapport EC/E_G . En variant ce rapport de 0 à 3%, les résultats à 60 jours montrent une augmentation linéaire de la résistance mécanique R_{C-MAX} de cylindres de bétons de chanvre de 0,35 jusqu'à 1,8MPa pour des masses volumiques sèches ρ_{A0-B} variant de 520 à 650kg.m⁻³. Une comparaison avec les courbes d'évolution de R_{C-MAX} en fonction de ρ_{A0-B} reportées dans la littérature [ELF 08, MOU 09] montre que seulement 25% de l'augmentation est due à ρ_{A0-B} . De fait, 75% de l'augmentation des propriétés mécaniques est dû à l'effet des molécules d'EC et à leur aptitude à améliorer nettement la qualité d'interface. Soulignons que ces résultats résultent de tests réalisés uniquement à 60 jours et dans des conditions de séchage particulières (20°C, 35%HR).

L'analyse thermogravimétrique des poudres issues des éprouvettes cubiques a permis par ailleurs de confirmer **l'aptitude de l'EC a maintenir la chaux Portlandite** dans la matrice. Une formation d'hydrates, une quantité résiduelle de $Ca(OH)_2$ et une formation de $CaCO_3$ plus importantes sont ainsi mesurées. La carbonatation plus importante à cœur peut par ailleurs être reliée à une **plus grande perméabilité à l'air des éprouvettes adjuvantées**. Une autre propriété de transfert, la capacité d'absorption en eau par capillarité, s'est avérée nettement diminuée avec l'ajout d'EC. Les éprouvettes B-Ch-1% et B-Tr-1% permettent une chute d'environ 40% du coefficient d'absorption C_A qui s'établit autour de 18 g.m⁻².s^{-1/2} pour ces deux agrobétons. L'ajout d'un EC de type MHEC a donc tendance à diminuer les transferts liquides et augmenter les transferts gazeux au sein des agrobétons, ce qui a déjà été observé sur des mortiers de ciments [POU 10].

CONCLUSION GENERALE

L'élaboration, la caractérisation et la compréhension du fonctionnement des bétons de végétaux lignocellulosiques, ou agrobétons, sont devenues au fil de la décennie passée des thèmes de recherche à part entière. Ils regroupent aujourd'hui un nombre croissant d'acteurs français et internationaux qui se structurent autour de conférences dédiées (Le chanvre dans tous ces états), de collèges scientifiques (CenC) ou encore d'un comité technique international (TC BBM-RILEM). Le travail de thèse présenté dans ce document s'inscrit pleinement dans ce contexte. Sa structure (cf. Figure III. 72) s'articule autour de sept chapitres, répartis en trois parties.

La **partie d'analyse bibliographique** a fait l'objet de deux chapitres qui ont permis de dégager des problématiques de travail articulées autour de deux axes (cf. Partie I - Synthèse Bibliographique):

- ✂ **Axe 1 (Chapitre I):** Elaboration d'agrobétons constitués de granulats lignocellulosiques (tige de chanvre ou tournesol) et d'un liant pouzzolanique issu des ressources volcaniques locales répondant aux critères de la construction en béton de chanvre;
- ✂ **Axe 2 (Chapitre II):** Observation, analyse et amélioration de l'interface formée entre un liant minéral et une particule lignocellulosique poreuse et hydrophile.

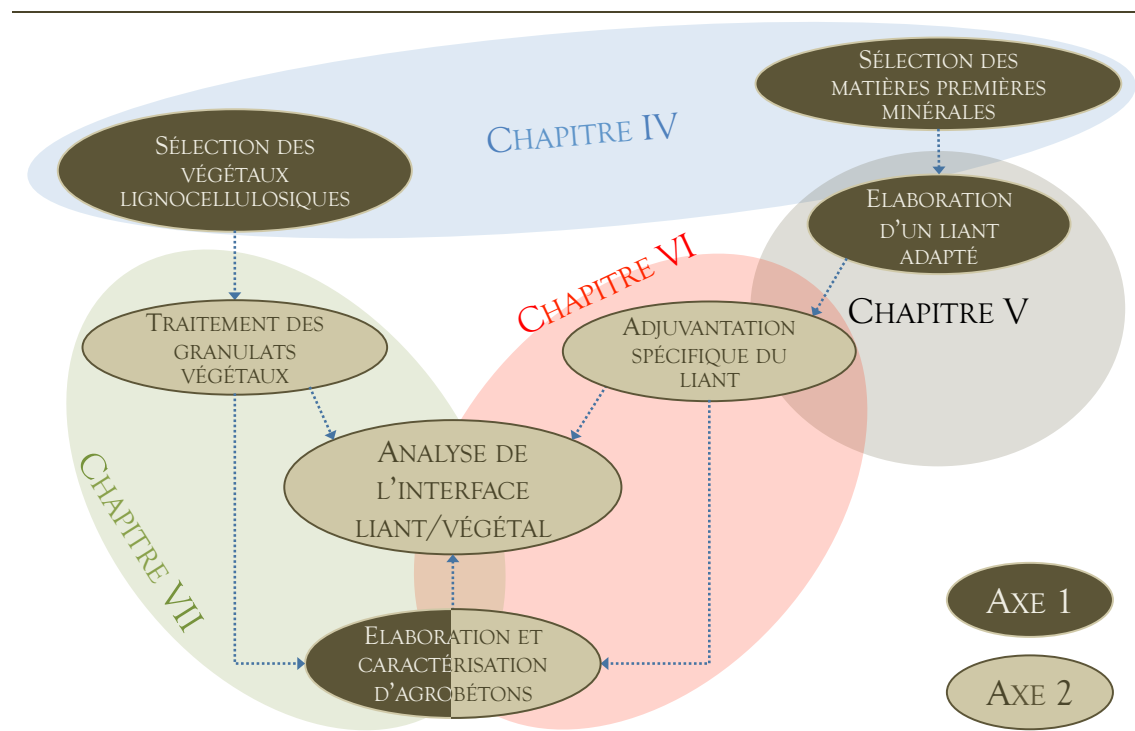


Figure III. 72. Organigramme structurel du travail de thèse.

AXE 1

❧ *Quels critères de sélection et quelles propriétés du granulat prendre en compte pour anticiper l'utilisation d'une ressource lignocellulosique ?*

La **deuxième partie** du document a permis de définir les méthodes et techniques utilisées au cours de ce travail (**Chapitre III**) et de décrire les phases de sélection et de caractérisation des matières premières minérales et végétales (**Chapitre IV**). Le partenariat réalisé avec l'école VetAgroSup a ainsi permis d'identifier la **tige de tournesol** comme ressource lignocellulosique potentielle [PRI 10]. Cette plante est en effet disponible en larges quantités sur la région Auvergne (>25000ha), sa tige étant majoritairement restituée au sol après la culture. L'analyse des propriétés et de la microstructure de cette ressource en **comparaison de la chènevotte** a ensuite permis de déceler de **nombreuses similitudes** avec cette dernière [NOZ 12]. Les propriétés comparées ont été la porosité (tailles et quantité), l'hydrophilie de surface, les caractéristiques du granulat (granulométrie, morphologie et surface spécifique) ou encore l'absorption/adsorption en eau de ces granulats. Les similitudes observées ont permis d'**utiliser le granulat de tournesol de manière identique à la chènevotte lors de l'élaboration d'agrobétons**.

❧ *Quels critères techniques prendre en compte pour juger qu'un liant est adapté à l'élaboration d'agrobétons ?*

Concernant les matières premières minérales, une étude menée en partenariat avec le Laboratoire Magma et Volcans a permis de sélectionner le sable ponceux pouzzolanique de la carrière du Cheix. Ce sous produit d'une carrière Puydomoise, à la réactivité pouzzolanique intéressante, a été transformée en filler par broyage mécanique. L'élaboration du liant pouzzolanique utilisant cette matière en mélange avec une chaux CL90 a fait l'objet du **Chapitre V**, dont la structure mêle analyse bibliographique et validation expérimentale. Dans un premier temps, une étude d'optimisation du rapport ponce/CL90 optimum a été réalisée en variant la teneur en chaux de 5 à 30% et en mesurant la résistance en compression de 7 à 280 jours. L'optimum a été trouvé aux alentours de **20% de chaux**, ce qui correspond aux recommandations faites dans la littérature [VIC 1818, MIL 74, FOU 78] et permet de **limiter la quantité de matières calcinées**. Une activation chimique au sulfate de soude Na_2SO_4 , disponible naturellement ou comme sous-produit industriel, a permis d'améliorer la prise à court terme et les résistances mécaniques des pâtes de liant à 28 jours ($E/L=0,4$, 13,8MPa, +100%). Cet accélérateur de prise a donc été intégré à la formulation du **liant de référence** composé de 80% en masse de ponce du Cheix broyée, 20% de chaux aérienne CL90, 4% de Na_2SO_4 et 50% d'eau. Après séchage, sa masse volumique avoisine 1200kg.m^{-3} . Le liant de référence élaboré possède donc des **propriétés mécaniques et une densité proches des liants utilisés habituellement pour fabriquer des bétons de chanvre** [NGU 09-1]. Sa prise, majoritairement pouzzolanique, est en revanche très différente.

❧ *Les ressources sélectionnées pour leur similitude avec la chènevotte permettent-elle l'obtention d'agrobétons aux propriétés (mécaniques, thermiques) similaires à celles des bétons de chanvre ?*

La dernière phase de ce premier axe de recherche a concerné la validation du couple formé entre le liant de référence et les **granulats de chanvre ou de tournesol**. Pour cela des formulations de type mur ont été élaborées avec un rapport massique liant/granulat de 2. La résistance mécanique obtenue après 60 jours de cure (masse stabilisée) sur des cylindres $11 \times 22 \text{ cm}^3$ est respectivement de 0,34MPa (481 kg.m^{-3}) et de 0,27MPa (451 kg.m^{-3}) pour les bétons de chanvre et de tournesol. Le module d'Young moyen de ces mêmes bétons est respectivement de 7,3MPa pour le chanvre et 6,1MPa pour le tournesol. Pour les deux ressources, la résistance mécanique est donc conforme aux recommandations des règles professionnelles ($>0,2 \text{ MPa}$) mais ce n'est pas le cas pour le module d'Young ($>15 \text{ MPa}$). Dans le même temps, la conductivité thermique à l'état sec du béton de chanvre est de $0,098 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ contre $0,094 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour le béton de tournesol. Si l'on tient compte d'une masse volumique plus faible du béton de tournesol, due notamment à la présence de la moelle cellulosique, **les propriétés mécaniques et thermiques obtenues avec les deux ressources sont équivalentes**.

❧ *Le liant élaboré permet-il la fabrication d'agrobétons aux propriétés similaires à celles des liants commerciaux ?*

Une étude encadrée en parallèle de la thèse et réalisée par Morgan Chabannes [CHA 12] a permis de montrer que le liant ponce/chaux permettait l'obtention de bétons de tournesol aux propriétés mécaniques et thermiques équivalentes à celles de liants commerciaux. La comparaison a été effectuée sur des formulations et des masses volumiques identiques.

❧ ❧ ❧

AXE 2

Le **deuxième axe** de la recherche exposée dans ce document a tenté de résoudre le problème des interfaces liant/végétal en suivant deux stratégies : la modification des particules végétales (**Chapitre VI**) ou l'adjuvantation spécifique du liant (**Chapitre VII**). Il a constitué la partie central du travail de thèse et permet aujourd'hui d'éclaircir certains points.

❧ Comment caractériser à court et moyen terme l'adhésion entre un liant minéral et une particule végétale ductile et hydrophile ?

La première stratégie visant à modifier les granulats (Chapitre VI) a donné lieu à des comparaisons à l'échelle du granulat, de l'interface liant/granulat et de l'agrobéton. Deux traitements ont ainsi été appliqués : une lixiviation en solution de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ à 40g.L^{-1} pendant 2H et un recouvrement à l'huile de lin (Huile/Granulat=0,5). Leur influence à court terme a été étudiée grâce à l'**essai dit de la plaque immergée** [AMZ 08] qui consiste à suivre la structuration du liant autour d'une plaquette végétale fixe. Des essais de validation ont permis de montrer l'**influence couplée du retrait du liant et de l'adhésion plaque/liant sur la création des contraintes interfaciales** mesurées par le biais de cet essai [NOZ 12-2]. L'influence positive du prémouillage des granulats sur la création de l'adhésion végétal/liant a ainsi pu être mise en évidence. Les tests réalisés soulignent qu'une **quantité d'eau de prémouillage de 80 à 120%** de la masse des granulats est un bon compromis pour optimiser l'adhésion. Le traitement à la chaux s'est également avéré très favorable à l'interface en générant des contraintes interfaciales augmentées (+30% Ch-Ca, +140% Tr-Ca). Le traitement à l'huile de lin a au contraire été à l'origine d'une chute de ces contraintes (-20% Ch-Hl, -70% Tr-Hl). L'**essai de la plaque immergée** est au final une **méthode comparative intéressante** pour tester l'influence de traitements de granulats lignocellulosiques sur l'adhésion liant/végétal. Il n'est en revanche plus adapté dès lors que le liant ne subit pas de retrait en conditions endogènes.

❧ Quelles méthodes employer pour observer et analyser correctement la ZTI entre un liant minéral et une particule végétale ductile et hydrophile ?

L'observation de l'interface liant/végétal, dont l'objectif était de compléter les mesures de l'essai de plaque, a nécessité la **mise au point d'une méthode de préparation d'échantillons pour le MEB**. Suite à cela, l'analyse de l'interface entre une particule de chanvre ou de tournesol et le liant élaboré a permis de révéler **trois types de problèmes**:

❧ Un **gradient de concentration en calcium** décroissant à l'approche de la particule dû aux échanges par capillarité et à la diffusion ionique dans le milieu interstitiel;

❧ Un **gradient de porosité** augmentant à l'approche de la particule qui peut être attribué au transport des bulles d'air et des particules en suspension vers l'interface;

❧ Un **décollement** entre le liant et la particule végétale dû à une mauvaise adhésion, souvent doublé d'un gap dû à la rétraction volumique de la particule.

❧ *Est-ce que les traitements employés se sont révélés un bon moyen d'améliorer l'interface liant/végétal et les propriétés finales des agrobétons élaborés ?*

L'effet des deux traitements sur la régulation de ces trois types de problèmes s'est avéré différent. Le traitement en solution de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ a ainsi permis de les réguler en partie, notamment grâce à une capacité d'adsorption/absorption réduite, une mouillabilité accrue et l'accroche mécanique offerte par des dépôts de carbonates en surface. Ces observations sont en accord avec l'adhésivité à court terme mesurée grâce à l'essai de plaque. Le traitement à l'huile de lin a eu en revanche un impact négatif sur l'interface avec un accroissement de la largeur des gradients observés. L'analyse des particules traitées révèle une hydrophobisation partielle de la surface, à laquelle on peut attribuer une mauvaise mouillabilité par le liquide interstitiel.

Les deux traitements étudiés dans le Chapitre VI, en plus d'être compliqués à mettre en œuvre, ont au final un **impact négatif sur les propriétés mécaniques** de bétons de chanvre et de tournesol. La **stratégie d'analyse de l'interface** liant/végétal mise en œuvre a permis d'anticiper ce résultat avec le traitement à l'huile de lin qui génère une hydrophobisation négative à la création d'une bonne interface avec le liant. Elle s'est avérée en revanche infructueuse pour prédire la chute des propriétés des bétons de granulats traités à la Portlandite, qui formaient pourtant une interface améliorée avec le liant, à court et long terme (60j).

❧ *La régulation des échanges aqueux grâce à l'ajout d'un rétenteur d'eau dans le liant (éther de cellulose de type MHEC) est-elle un bon moyen d'améliorer l'interface liant végétal ?*

La **seconde stratégie (Chapitre VII)** a consisté à adjuvanter le liant avec un éther de cellulose (EC) de type MHEC pour réguler les échanges en eau. L'utilisation d'un EC a permis l'augmentation de la viscosité et la diminution de la tension superficielle du liquide interstitiel tout en augmentant la rétention en eau du liant. Ces propriétés sont à l'origine de la nette amélioration de la qualité de l'interface formée entre les liants incluant de l'EC et les particules lignocellulosiques. Les **EC ont pur rôle de figer la solution interstitielle** du liant mais n'empêchent pas la propagation de cette solution non confinée dans la structure poreuse du végétal. Ils forment un **réseau hydraté réticulé et gélifié** qui dans le milieu confiné formé par le squelette granulaire du liant assure la cohésion entre les particules minérales, la polarité de ces molécules leur permettant notamment de s'adsorber sur leur surface. Ce réseau bloque ainsi les phénomènes de filtration de l'eau et de déplacement des bulles d'air vers l'interface.

❧ *Quelles quantités d'adjuvant rétenteur d'eau faut-il utiliser ?*

Au cours de ce travail de thèse, **des dosages importants allant de 0,5 à 1,5% d'EC par rapport à la masse des poudres du liant ont été réalisés.** En comparaison, les mortiers CeREM préconisent un dosage nettement plus faible de 0,27%. Ces quantités importantes de molécules polymères ont été nécessaires pour former une barrière à la filtration de l'eau entre l'empilement granulaire constitué par le liant. A la suite de ce travail, nous préconisons dans le cas de l'élaboration d'agrobétons de doser les EC ou tout autre rétenteur d'eau non pas par rapport à la masse des poudres, mais par rapport à l'eau de gâchage sur laquelle vont agir ces molécules.

❧ *Quelle est l'influence de l'amélioration de la qualité d'interface sur les propriétés mécaniques des agrobétons de masse volumique fixée ?*

La résolution des problèmes d'interface s'est répercutée directement sur les propriétés des agrobétons adjuvantés. A **masse volumique fixée** ($460-490\text{kg.m}^{-3}$), l'ajout de 2% en masse d'EC par rapport à l'eau de gâchage (E_G) a engendré des augmentations de 150 à 350% du module élastique et de 120 à 150% de la résistance à 5% de déformation, peu importe le granulat. L'analyse post-compression des éprouvettes révèle un poudrage nettement moins marqué que sur les éprouvettes de référence et une cohésion inter-particulaire, inexistante auparavant.

❧ *Quelle est l'influence de la quantité d'EC ajoutée sur l'aptitude au compactage et au démoulage des agrobétons élaborés ainsi que sur leurs propriétés mécaniques et thermiques?*

Lors d'une fabrication **sans masse volumique imposée**, la mise en œuvre d'éprouvettes avec un dosage croissant en EC a révélé le caractère **facilitateur de compactage** de cet adjuvant. Une plus grande cohésion et une viscosité accentuée, couplées à une forte tendance à l'agglomération, permettent en effet d'atteindre une masse volumique finale fonction croissante de la quantité d'EC. Le retour élastique des particules compactées étant contenu, un **démoulage immédiat des éprouvettes est dès lors possible**. En variant le rapport EC/E_G de 0 à 3%, les résultats à 60 jours montrent une augmentation linéaire de la résistance mécanique R_{C-MAX} de cylindres de bétons de chanvre de 0,35 jusqu'à 1,8MPa pour des masses volumiques sèches ρ_{A0-B} variant de 520 à 650kg.m^{-3} . Une comparaison avec les courbes d'évolution de R_{C-MAX} en fonction de ρ_{A0-B} reportées dans la littérature [ELF 08, MOU 09] montre que seulement 25% de l'augmentation est due à ρ_{A0-B} . De fait, 75% de l'augmentation des propriétés mécaniques est due à l'effet des molécules d'EC et à leur aptitude à améliorer nettement la qualité d'interface. Dans le même temps, la **conductivité thermique augmente en fonction de la**

masse volumique suivant les tendances déjà observées par plusieurs auteurs [CER 05, NGU 09-1, MAG 10].

✂ *Quel est l'intérêt de considérer les agrobétons comme des matériaux composites multi-interfaces ? Quelle est l'influence de l'orthotropie générée par le compactage sur les propriétés mécaniques et thermiques des agrobétons ?*

Les Chapitres VI et VII ont également été l'occasion d'étudier **l'influence d'une mise en forme par compactage sur l'orthotropie** des agrobétons grâce à la fabrication de cubes $15 \times 15 \times 15 \text{ cm}^3$. Une utilisation du matériau en **configuration mur banché** permet ainsi une sollicitation des particules végétales dans leur direction transversale de moindre rigidité, engendrant un comportement élastoplastique fortement ductile. Dans cette direction de sollicitation, un élanement 1 des particules conduit à un essai d'écrasement, sans atteindre réellement de rupture, au contraire d'un élanement 2 (cylindre) qui génère un réel essai de compression. Dans la direction perpendiculaire à celle de la compaction, c'est à dire en **configuration mur projeté**, les particules lignocellulosiques sont sollicitées plus largement longitudinalement. Dès lors, la **rigidité du matériau se trouve multipliée par un facteur 3 à 4** en comparaison de la configuration banché. En revanche, les ponts de liant entre particules sont plus largement sollicités et se rompent progressivement entre 1 et 3% de déformation. Cela provoque l'atteinte d'un palier de compression que l'on peut attribuer au glissement frictionnel interparticulaire. D'un point de vue mécanique, la forte augmentation de la rigidité dans la direction mur projeté est un atout intéressant. En ce qui concerne les **propriétés thermiques** telles que la conductivité thermique et l'effusivité thermique, elles s'avèrent en moyenne **10% plus faibles** si le matériau est testé dans une **configuration mur projeté**. Ce résultat confirme les observations faites par Nguyen [NGU 09-1] pour lesquels l'orthotropie s'avérait néanmoins plus marquée, le compactage étant plus important.

PERSPECTIVES DE TRAVAIL

Il ressort instantanément de ce travail que la stratégie consistant à considérer les **agrobétons** comme des **composites multi-interfaces** s'avère pertinente pour améliorer leurs performances mécaniques. De notre point de vue, l'**optimisation** de ce type de matériau requiert l'intégration dans la **démarche d'élaboration** d'une **analyse fine des interphases** qui se forment entre le granulats végétal et le liant minéral choisis. Si l'approche présentée ici reste à approfondir, elle permet d'appréhender à plusieurs niveaux les problèmes d'interface.

Le développement de l'**essai de la plaque immergée** pour déterminer l'adhésion à court terme entre une plaquette lignocellulosique et un liant présente une solution

originale et simple à mettre en place en laboratoire. Si le principe est ici exposé, il reste à développer un prototype plus stable que celui utilisé pendant la thèse et à valider la méthode avec plusieurs liants. Certaines améliorations pourraient ainsi être apportées :

- ✎ Limiter les vibrations alentours qui sont parfois responsables de décrochages à l'interface ;
- ✎ Permettre l'ajout de poids supplémentaires sur le moule contenant le liant pour la phase de pull-out;
- ✎ Prévoir un mécanisme de remontée à vitesse contrôlée de la particule afin d'évaluer plus précisément la contrainte de pull-out ;
- ✎ Prévoir un contrôle de la température à $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$, celle-ci jouant un rôle fondamental sur la prise du liant et donc l'évolution des contraintes interfaciales.

Pour une analyse à plus long terme, l'observation au MEB de la zone de transition interfaciale s'est avérée le meilleur moyen pour attester l'impact des différents traitements des granulats et de l'ajout de viscosants. La méthode consistant à immerger une particule isolée a ainsi permis de faire des hypothèses sur le mode de fonctionnement de chacune des modifications du liant ou des particules. Elle reste toutefois limitée du fait de l'hétérogénéité des particules végétales et de leur représentativité géométrique, mais aussi de part la difficulté à préparer des éprouvettes représentatives de la réalité. Plutôt que d'utiliser une particule hétérogène, une première approche pour tester l'influence du type de liant ou de l'adjuvantation sur l'interface liant/végétal pourrait consister à placer une éprouvette de bois dont on maîtrise l'orientation en contact avec le liant. Concernant l'étude des poudres, la technique consistant à prélever ces poudres dans l'auréole de transition autour d'une particule apparaît biaisée car imprécise et ne prenant pas en compte la taille de la matrice affectée. Un **prélèvement au cœur des agrobétons** est en revanche plus approprié si l'on fait l'hypothèse de joints de liants très fins entièrement affectés par la présence des particules végétales poreuses.

L'étude reportée ici a permis de démontrer que **l'utilisation de rétenteurs d'eau** dans le liant est une **méthode prometteuse** de part sa simplicité de mise en œuvre, les modifications de texture et l'accroissement des propriétés mécaniques qu'elle apporte au mélange. Cependant, les tests mécaniques sur lesquels se base cette affirmation ont été réalisés uniquement à 60 jours dans des conditions de séchage exigeantes qui mériteraient une étude plus large. Il conviendrait également d'approfondir cet aspect en **testant de manière plus large les éthers de cellulose (EC) ou d'amidon**, mais aussi des **polymères à chaînes plus courtes** (glycérol, polyéthylène glycol) comme peuvent le conseiller Bentz et al. [BEN 09]. Pour ces auteurs, l'utilisation de ce type de molécules permettrait de limiter la diffusion ionique, un des facteurs à l'origine du gradient de concentration en Ca^{2+} , en jouant un rôle de barrière physique plus efficace que les polymères à chaînes longues. Des quantités plus faibles d'adjuvants pourraient ainsi être à l'origine d'améliorations des interfaces équivalentes à celles reportées dans ce document. Il conviendra cependant d'analyser plus en profondeur les mécanismes régissant la formation de la zone de

transition interfaciale: diffusion ionique et particulaire, propagation par capillarité ou filtration du liquide interstitiel, mouillabilité de la surface des particules ou encore interaction de surface entre les particules de liant et les polymères utilisés. Par exemple, la chélation des ions Ca^{2+} dans les molécules d'EC reste à valider car elle ne fait pas l'objet d'un consensus dans la littérature [DUP 99, BOH 01, POU 06-2]. Pour l'étude des transferts aqueux, on peut imaginer étudier la propagation entre un matériau poreux massif (ex : bois d'orientation contrôlée) et une pâte fraîchement adjuvantée avec un réteneur d'eau par le biais de techniques comme la Résonance Magnétique Nucléaire. Ce type de test a déjà été abordé par Patural [PAT 11] entre un mortier et un support poreux de plâtre mais pour une teneur en EC plus faible que celles utilisées dans ce travail (0,27% par rapport aux poudres).

Il reste par ailleurs à analyser l'effet des EC sur des liants de différentes natures, notamment des liants hydrauliques, ainsi que sur les **propriétés de transfert** des agrobétons. Les essais d'absorption par capillarité et l'analyse de la carbonatation à cœur du matériau ont permis d'observer les **mêmes impacts de ces molécules sur les agrobétons que sur des mortiers**, à savoir augmenter la perméabilité à la vapeur d'eau et diminuer l'absorption en eau par capillarité. Des mesures plus approfondies pourraient être conduites en perméabilité à l'air et à l'eau de ces matériaux. Sur des matériaux fortement hygroscopiques comme les bétons de végétaux, des études générales sur la durabilité des performances mécaniques et de l'intégrité du matériau face une intrusion de l'eau seraient d'un grand intérêt.

Concernant la plage d'utilisation des EC, **ils ouvrent la voie à plusieurs types de produits**. La grande adhésivité et les propriétés mécaniques améliorées des mélanges formulés avec ces molécules présentent un grand intérêt pour la réalisation d'**enduits légers** en face murale interne. De même, le marché du **béton de chanvre projeté**, en plein essor depuis l'apparition de machines de projection spécifiques à ce matériau, pourrait profiter de cette capacité d'adhésion accrue. Il doit en effet faire face à des avaries récurrentes (chutes de pans de mur) et à une perte de matière d'environ 10 à 15% due aux rebonds de matières et aux effondrements lors de la mise en œuvre. L'ajout d'EC ou autre viscosant dans les formulations dédiées à cette application s'inscrit comme un bon moyen pour limiter ce type de problème. Enfin, le **domaine de la préfabrication** devrait s'intéresser à l'aptitude au démoulage immédiat apportée par l'ajout d'EC. Ceci, couplé à l'augmentation importante des propriétés mécaniques et une sollicitation des particules dans leur direction de plus grande rigidité, pourrait permettre la fabrication de bétons atteignant 2 à 3 MPa pour des déformations d'environ 2%, une masse volumique inférieure à 700kg.m^{-3} et manipulables immédiatement après leur mise en forme.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[A]

[AAM 08] E. Aamr-Daya, T. Langlet, A. Benazzouk, et M. Queneudec, "Feasibility study of lightweight cement composite containing flax by-product particles: Physico-mechanical properties," *Cement and Concrete Composites*, vol. 30, Nov. 2008, p. 957-963.

[ABR 99] C.J. Abraham, "A solution to spontaneous combustion in linseed oil formulations," *Polymer Degradation and Stability*, vol. 54, 1999, p. 157-166.

[ACE 09] ACERMI, *Règlement technique de la certification des matériaux et produits destinés à l'isolation thermique des bâtiments*, ACERMI, 2009
http://acermi.cstb.fr/rt/acermi_rt0409.pdf (14/09/10)

[AFN 81] AFNOR, *Norme NF P 18-421 - Bétons - Mise en place par microtable vibrante*, AFNOR, Déc. 1981.

[AFN 96] AFNOR, *Norme NF EN 933-2 - Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 2 : détermination de la granularité - Tamis de contrôle, dimensions nominales des ouvertures*, AFNOR, Mai 1996.

[AFN 98] AFNOR, *Norme NF EN 1097-3 - Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 3 : méthode pour la détermination de la masse volumique en vrac et de la porosité intragranulaire*, AFNOR, Aou. 1998.

[AFN 99] AFNOR, *Norme NF EN 1015-6 - Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie. - Partie 6 : détermination de la masse volumique apparente du mortier frais*, AFNOR, Oct. 1999.

[AFN 99-2] AFNOR, *Méthodes d'essai pour pierres naturelles - Détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité*, AFNOR, Juil. 1999.

[AFN 01] AFNOR, *Norme NF EN 1097-6 - Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats - Partie 6 : détermination de la masse volumique réelle et du coefficient d'absorption d'eau*, AFNOR, Juin 2001.

[AFN 02] AFNOR, *Norme NF EN 459-1 - Chaux de construction - Partie 1 : définitions, spécifications et critères de conformité*, AFNOR, Oct. 2002.

[AFN 03] AFNOR, *Norme NF EN 1015-18 - Méthodes d'essai des mortiers pour maçonnerie - Partie 18 : détermination du coefficient d'absorption d'eau par capillarité du mortier durci*, AFNOR, Mai. 2003.

[AFN 06] AFNOR, *Norme NF EN ISO 14040:2006 - Management environnemental - Analyse du cycle de vie - Principes et cadre*, AFNOR, 2006.

[AFN 07] AFNOR, *Norme NF EN 1936 - Méthodes d'essai des pierres naturelles - Détermination des masses volumiques réelle et apparente et des porosités ouvertes et totales*, AFNOR, Mai 2007.

[AFN 08] AFNOR, *Norme NF EN 1097-7 - Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et*

physiques des granulats. Partie 7 : détermination de la masse volumique absolue du filler – Méthode au pycnomètre, AFNOR, Jui. 2008.

[AFN 09] AFNOR, Norme NF EN 196-3 - Méthodes d'essais des ciments - Partie 3 : détermination du temps de prise et de la stabilité, AFNOR, Janv. 2009.

[AFN 10] AFNOR, Norme NF EN ISO 14025 :2010 - Marquages et déclarations environnementaux - Déclarations environnementales de type III - Principes et modes opératoires, AFNOR, 2010.

[AFN 10-2] AFNOR, Norme NF EN 15643-1 - Contribution des ouvrages de construction au développement durable - Évaluation de la contribution au développement durable des bâtiments - Partie 1 : cadre méthodologique général, AFNOR, Décembre 2010.

[AGG 95] L.K. Aggarwal, "Bagasse-reinforced cement composites," *Cement and Concrete Composites*, vol. 17, 1995, p. 107-112.

[AGO 05] V. Agopyan, J. Savastano, V. John, et M. Cincotto, "Developments on vegetable fibre-cement based materials in Sao Paulo, Brazil: an overview", *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, Mai. 2005, p. 527-536.

[ALC 07] Cabinet Alcimed, *Marché actuel des bioproduits industriels et des biocarburants & évolutions prévisibles à échéance 2015/2030*, ADEME, 2007.
<http://www2.ademe.fr/servlet/getDoc?cid=96&id=47136&m=3&p1=00&p2=08&ref=17597>
(14/09/10)

[AMI 09] L. Conteville, C. Den Hartigh, *Les écomatériaux en France : État des lieux et enjeux dans la rénovation thermique des logements*, Les Amis de la Terre, 2009.
http://www.amisdelaterre.org/IMG/pdf/Rapport_ATF_Les_ecomateriaux_en_France_Mars09-2.pdf (14/09/10)

[AMI 10] Amis de la Terre, *Développer les filières courtes d'écomatériaux. Guide à destination des collectivités territoriales*, Les Amis de la Terre, 2010.
http://www.amisdelaterre.org/IMG/pdf/GUIDE_GUIDE_ECOMAT_COLL_TERR.pdf
(14/09/10)

[AMZ 08] S. Amziane, A. Perrot, et T. Lecompte, "A novel settling and structural build-up measurement method," *Measurement Science and Technology*, vol. 19, 2008, p. 105702-105702.

[ARL 07] G. Arliguie, H. Hornain, *GranDuBé - Grandeurs associées à la durabilité des Bétons*, Presse des Ponts et Chaussées, 2007.

[ARN 00] L. Arnaud, *Mechanical and thermal properties of hemp mortars and wools : Experimental and theoretical approaches*, Proceedings of 3rd International conference on Bioresource, hemp and other fibre crops, Wolfsburg (Allemagne), 2000.
<http://www.nova-institut.de/secure/arnaud-e.pdf> (14/09/10)

[ARN 12] L. Arnaud, et E. Gourlay, "Experimental study of parameters influencing mechanical properties of hemp concretes," *Construction and Building Materials*, vol. 28, 2012, p. 50-56.

[AST 08] ASTM, C618 - 08a, *Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use in Concrete*, ASTM, 2008.

[B]

[BAL 05] C. Baley, "Fibres naturelles de renfort pour matériaux composites", *Techniques de l'ingénieur*, Avr. 2005.

[BAN 73] W.B. Banks, "Water uptake by scots pine sapwood, and its restriction by the use of water repellents," *Wood Science and Technology*, vol. 7, 1973, p. 271-284.

[BEN 99] J.C. Benezet et A. Benhassaine, "Grinding and pozzolanic reactivity of quartz powders," *Powder Technology*, vol. 105, Nov. 1999, p. 167-171.

[BEN 09] D.P. Bentz, M.A. Peltz, K.A. Snyder, et J.M. Davis, "VERDiCT: Viscosity Enhancers Reducing Diffusion in Concrete Technology," *Concrete International*, vol. 31, 2009, p. 31 - 36.

[BES 78] J.C. Besson, *Les formations volcaniques du versant oriental du massif du Mont-Dore (Massif Central Français)*, Thèse de Doctorat, Université Clermont-Ferrand II, 1978, p. 167.

[BEV 08] R. Bevan, T. Woolley, *Hemp lime construction – A guide to building with hemp lime Composites*, Building Research Establishment Press, 2008.

[BEZ 11] M. Bezjak, et D. Zvizdić, "Dynamic Measurements of the Thermal Conductivity of Insulators," *International Journal of Thermophysics*, vol. 32, 2011, p. 1467-1478.

[BIL 03] K. Bilba, M. Arsene, et A. Ouensanga, "Sugar cane bagasse fibre reinforced cement composites. Part I. Influence of the botanical components of bagasse on the setting of bagasse/cement composite", *Cement and Concrete Composites*, vol. 25, Jan. 2003, p. 91-96.

[BIL 08] K. Bilba et M. Arsene, "Silane treatment of bagasse fiber for reinforcement of cementitious composites", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, Sep. 2008, p. 1488-1495.

[BOH 01] S. Bohic, P. Weiss, P. Roger, et G. Daculsi, "Light scattering experiments on aqueous solutions of selected cellulose ethers: contribution to the study of polymer-mineral interactions in a new injectable biomaterial," *Journal of Materials Science-Materials in Medicine*, vol. 12, Mar 2001, p. 201-205.

[BON 93] A. Bonjean, "Le tournesol: économie, origine, histoire, écologie, sélection," L. é. d. l'environnement, Paris, 1993, p. 242.

[BOR 71] K. Borgin, et K. Corbertt, "The hydrophobic properties of bark extractives," *Wood Science and Technology*, vol. 5, 1971, p. 190-199.

[BOU 98] A. Bouguerra, A. Ledhem, F. de Barquin, R.M. Dheilly, et M. Quéneudec, "Effect of microstructure on the mechanical and thermal properties of lightweight concrete prepared from clay, cement, and wood aggregates", *Cement and Concrete Research*, vol. 28, 1998, p. 1179-1190.

[BOU 02] P. Boustingorry, *Elaboration d'un matériau composite à matrice gypse et renfort bois fragmenté - Amélioration de la résistance au vissage de produits préfabriqués en gypse*, Thèse de Doctorat, ENSM St Etienne - INP Grenoble, 2002.

hal.inria.fr/docs/00/15/31/60/PDF/P-Boustingorry.pdf (29/09/10)

[BOU 06-1] P. Bouloc, S. Allegret, L. Arnaud, et Collectif, *Le chanvre industriel : Production et utilisations*, Editions France Agricole, 2006.

[BOU 06-2] M.P. Boutin, C. Flamin, S. Quinton et G. Gosse, *Etude des caractéristiques environnementales du chanvre par son analyse de cycle de vie*, Ministère de l'agriculture et de la pêche, 2006.

http://agriculture.gouv.fr/IMG/pdf/chanvre_rapport_final_d235d.pdf (14/09/10)

[BRA 08] A.M. Brandt, "Fibre reinforced cement-based (FRC) composites after over 40 years of development in building and civil engineering," *Composite Structures*, vol. 86, Nov. 2008, p. 3-9.

[BRU 87] G.H. Bruntland, *Rapport Bruntland - Notre avenir à tous*, Commission mondiale sur l'environnement et le développement des Nations Unies, 1987.

http://www.agora21.org/international/data/sources/users/9/docs/rapport_brundtland.pdf (14/09/10)

[BRU 08] L.E. Bruyne, *Aspects on wettability and surface composition of modified wood*, Thèse de doctorat, Manufacturing systems, KTH-Royal Institute of Technology, Stockholm, 2008.

[BRU 11] C. Brumaud, *Origines microscopiques des conséquences rhéologiques de l'ajout d'éthers de cellulose dans une suspension cimentaire*, Thèse de doctorat, Université Paris-Est, 2011.

[BUL 12] D. Bülichen, J. Kainz, et J. Plank, "Working mechanism of methyl hydroxyethyl cellulose (MHEC) as water retention agent," *Cement and Concrete Research*, vol. 42, 2012, p. 953-959.

[BUT 04] P.Y. Butschi *Utilisation du chanvre pour la préfabrication d'éléments de construction*, Thèse de Doctorat, Université de Moncton (Canada), 2004.

<http://membres.multimania.fr/butch11/These.pdf> (14/09/10)

[C]

[CAR 01] N.J. Carino, et H.S. Lew, *Maturation time - application and method*, Actes du congrès Structures Congress & Exposition, Washington (Etats-Unis), 21-23 Mai, 19p.

[CAR 11] M. Carrier, A. Loppinet-Serani, D. Denux, J.-M. Lasnier, F. Ham-Pichavant, F. Cansell, et C. Aymonier, "Thermogravimetric analysis as a new method to determine the lignocellulosic

- composition of biomass," *Biomass & Bioenergy*, vol. 35, Jan 2011, p. 298-307.
- [CER 05] V. Cerezo, *Propriétés mécaniques, thermiques et acoustiques d'un matériau à base de particules végétales*, Thèse de Doctorat, INSA de Lyon, 2005.
<http://docinsa.insa-lyon.fr/these/pont.php?id=cerezo> (14/09/10)
- [CGD 09] Commissariat Général au Développement durable, *Chiffres clés de l'énergie*, Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement durable et de la mer, 2009.
<http://www.developpement-durable.gouv.fr/IMG/pdf/Repere.pdf> (15/09/10)
- [CGD 10] Commissariat Général au Développement durable, *Chiffres clés du climat*, Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement durable et de la mer, 2010.
http://www.statistiques.equipement.gouv.fr/IMG/pdf/Global_par_planche_de_2_pages_francais_cle5763ae.pdf (15/09/10)
- [CHA 98] A.K. Chatjigakis, C. Pappas, N.Proxenia, O.Kalantzi, P.Rodis, et M. Polissiou, "FT-IR spectroscopic determination of the degree of esterification of cell wall pectins from stored peaches and correlation to textural changes," *CARBOHYDRATE POLYMERS*, vol. 37, 1998, p. 395-408.
- [CHA 05] S. Charoenvai, J. Khedari, J. Hirunlabh, C. Asasutjarit, B. Zeghmati, D. Quenard, et N. Pratintong, "Heat and moisture transport in durian fiber based lightweight construction materials," *Solar Energy*, vol. 78, Avr. 2005, p. 543-553.
- [CHA 08] J. Chamoin, F. Collet, S. Pretot, *Optimisation de bétons de chanvre projetés et moulés – Caractérisation du matériau de référence*, Actes du 26^{ème} congrès de l'AUGC, Nancy, 4-6 Juin 2008.
- [CHA 12] M. Chabannes, *Valorisation de granulats de tournesol pour la formulation de matériaux de construction*, Mémoire de master II, Université Blaise Pascal Clermont-Ferrand, 2012, 112p.
- [COA 06] P. Coatanlem, R. Jauberthie, et F. Rendell, "Lightweight wood chipping concrete durability," *Construction and Building Materials*, vol. 20, Nov. 2006, p. 776-781.
- [COC 06] H. Cochard, "Cavitation in trees," *Comptes Rendus Physique*, vol. 7, 2006, p. 1018-1026.
- [COL 08] F. Collet, M. Bart, L. Serres, et J. Miriel, "Porous structure and water vapour sorption of hemp-based materials," *Construction and Building Materials*, vol. 22, Juin. 2008, p. 1271-1280.
- [COU 84] R.S.P. Coutts, et P. Kightly, "Bonding in wood fibre-cement composites," *Journal of Material Science*, vol. 19, 1984, p. 3355-3359.
- [COU 00] L. Courard, "Parametric study for the creation of the interface between concrete and repair products," *Materials and Structures*, vol. 33, 2000, p. 65-72.
- [COU 05] R.S. Coutts, "A review of Australian research into natural fibre cement composites," *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, Mai. 2005, p. 518-526.
- [CRA 08] Conseil Régional d'Auvergne, *Bilan énergie et gaz à effet de serre en Auvergne*, CRA-ADEME, 2008.
http://auvergne.info/public/upload/files/org/environnement/bilan-energie-Synthese_Auvergne_final_3.1.pdf (15/09/10)

[D]

- [DEB 09] P.B. de Bruijn, K. Jeppsson, K. Sandin, et C. Nilsson, "Mechanical properties of lime-hemp concrete containing shives and fibres," *Biosystems Engineering*, vol. 103, Aoû. 2009, p. 474-479.
- [DEG 04] P.G. De Gennes, F. Brochard-Wyart, D. Quéré, et A. Reisinger, *Capillarity and wetting phenomena : drops, bubbles, pearls, waves*. New York: Springer, 2004, 291p.
- [DEL 96] F-X. Deloye, "La chaux à travers les âges", *Bulletin du Laboratoire des Ponts et Chaussées*, vol. 201, Jan-Fev 1996, p. 94-98.
- [DEL 03] N. Delville, *Étude Minéralogique et Physico-Chimique des Mâchefers d'Incinération des Ordures Ménagères (M.I.O.M.) en vue d'une Utilisation en Technique Routière*, Thèse de Doctorat, Université Clermont-Ferrand II, 2003, 255p.
- [DEL 08] J.R. Del Viso, J.R. Carmona, et G. Ruiz, "Shape and size effects on the compressive strength of high-strength concrete," *Cement and Concrete Research*, vol. 38, 2008, p. 386-395.
- [DEM 06] M.F. Demirbas, "Thermal energy storage and phase change materials: An overview," *Energy Sources Part B-Economics Planning and Policy*, vol. 1, Jan 2006, p. 85-95.
- [DGF 09] Direction Générale des Finances Publiques, *Crédit d'impôt pour dépenses d'équipement de l'habitation principale en faveur des économies d'énergie et du développement durable*, Bulletin Officiel des Impôts, 2009
<http://www11.minefi.gouv.fr/boi/boi2009/5fppub/textes/5b1009/5b1009.pdf> (14/09/10)
- [DIA 01] S. Diamond, et J. Huang, "The ITZ in concrete: a different view based on image analysis and SEM observations," *Cement and Concrete Composites*, vol. 23, 2001, p. 179-188.
- [DIE 10] P. Diederich, M. Mouret, F. Ponchon, *Design of Self-compacting Concrete According to the Nature of the Limestone Filler*, Actes du congrès SCI 2010, Montreal (Canada), 2010, p. 137-147.
- [DOR 01] J. Dorado, G. Almendros, J.A. Field, et R. Sierra-Alvarez, "Infrared spectroscopy analysis of hemp (*Cannabis sativa*) after selective delignification by *Bjerkandera* sp. at different nitrogen levels," *Enzyme and Microbial Technology*, vol. 28, 2001, p. 550-559.
- [DRO 78] R. Dron, "L'activité pouzzolanique ", *Bulletin de liaison Laboratoire des Ponts et Chaussées*, vol. 93, Janv-Fév. 1978, pp. 66-69.
- [DRO 96] V.M. Dronnet, C.M.G.C. Renard, M.A.V. Axelos, et J.-. Thibault, "Characterisation and selectivity of divalent metal ions binding by citrus and sugar-beet pectins", *Carbohydrate Polymers*, vol. 30, Aoû. 1996, p. 253-263.
- [DUP 99] A. Dupraz, T.P. Nguyen, M. Richard, G. Daculsi, et N. Passuti, "Influence of a cellulosic ether carrier on the structure of biphasic calcium phosphate ceramic particles in an injectable composite material," *Biomaterials*, vol. 20, Apr 1999, p. 663-673.

[E]

[EIN 1905] A. Einstein, "Über die von der molekularkinetischen Theorie der Wärme geforderte Bewegung von in ruhenden Flüssigkeiten suspendierten Teilchen," *Annalen der Physik*, vol. 322, 1905, p. 549-560.

[EIR 06] R. Eires, J. P. Nunes, R. Figueiro, S. Jalali, A. Camões, *New eco-friendly hybrid composite materials for civil construction*, Proceedings of the 12th European conference on Composite Materials, Biarritz, 29 Aout- 1 Septembre, 2006
www.dec.uc.pt/~fjbranco/POCI_ECM_55889/Fullpaper_n319.pdf (14/09/10)

[ELF 08] S. Elfordy, F. Lucas, F. Tancrét, Y. Scudeller, et L. Goudet, "Mechanical and thermal properties of lime and hemp concrete ("hemcrete") manufactured by a projection process," *Construction and Building Materials*, vol. 22, Oct. 2008, p. 2116-2123.

[ELH 10] N. El Hajj, R.M. Dheilly, Z. Aboura, M.L. Benzeggagh et M. Queneudec, *Procédé de fabrication des composites 100% végétaux : Effet de la granulométrie des étoupes de lin et de l'ajout des bios liants*, Actes des 16èmes JNC, Toulouse, 10-12 Juin 2009
http://hal.archives-ouvertes.fr/docs/00/39/97/53/PDF/NemrELHAJJ_JNC16.pdf (14/09/10)

[EMM 96] P.H. Emmons, et A.M. Vaysburd, "System concept in design and construction of durable concrete repairs," *Construction and Building Materials*, vol. 10, 1996, p. 69-75.

[ESC 06] G. Escadeillas, *Les éco-matériaux dans la construction : enjeux et perspectives*, Actes des 7èmes (RF)²B, Toulouse, 19-20 Juin 2006
<http://www-lmdc.insa-toulouse.fr/RF2B/Actes-RF2B-2006/%25pdf-Escadeillas.pdf> (14/09/10)

[EVR 05] A. Evrard, *Bétons de chaux et de chanvre : Phénomènes de transferts de chaleur et de masse & Comportement sous des sollicitations dynamiques*, Rapport de DEA, Université Catholique de Louvain (Belgique), 2005
www-climat.arch.ucl.ac.be/a_evrard/2.Mémoire_DEA.pdf (14/09/10)

[EVR 06] A. Evrard, *Sorption behaviour of Lime-Hemp Concrete and its relation to indoor comfort and energy demand*. Proceedings of the 23rd Conference on Passive and Low Energy Architecture, 2006

[EVR 08] A. Evrard, *Transient hygrothermal behaviour of lime-hemp materials*, Thèse de doctorat, Université catholique de Louvain (Belgique), 2008
<http://dial.academielouvain.be:8080/vital/access/manager/Repository/boreal:19675> (14/09/10)

[F]

[FAK 06] D. Fakin, V. Golob, K. Stana Kleinschek, A. Majcen Le Marechal, "Sorption properties of flax fibers depending on pretreatment processes and their environmental impact", *Textile Research Journal*, vol. 76, p. 448-454.

[FAN 98] L. Fang, G. Clausen, et P.O. Fanger, "Impact of Temperature and Humidity on the Perception of Indoor Air Quality", *Indoor Air*, vol. 8, 1998, p. 80-90.

<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1600-0668.1998.t01-2-00003.x/pdf> (14/09/10)

[FFB 09] FFB, *Construire en chanvre : Règles professionnelles d'exécution*, Fédération Française du Bâtiment, Collection recherche développement métier, 2009.

[FOU 78] M. Fournier, J-M. Geoffray, "Le liant pozzolanes-chaux", *Bulletin de liaison Laboratoire des Ponts et Chaussées*, vol. 93, Janv-Fév. 1978, pp. 70-78.

[FRD 11] FRD, "Evaluation de la disponibilité et de l'accessibilité de fibres végétales à usage matériau en France", ADEME, Mars 2011, 84p.

[FRE 85] P. Freiesleben Hansen, et J. Pedersen, "Curing of Concrete Structures," *CEB Bulletin*, vol. 166, Mai 1985, 42 p.

[FRI 05] C. Frihart, "Wood Adhesion and Adhesives," in *Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites*: CRC Press, 2005.

[FRY 08] S. Frybort, R. Mauritz, A. Teischinger, et U. Müller, "Cement bonded composites - A mechanical review," *BioResources*, vol. 3, 2008, p. 602-626.

[G]

[GAR 91] D.J. Gardner, N.C. Generalla, D.W. Gunnells, et M.P. Wolcott, "Dynamic wettability of wood," *Langmuir*, vol. 7, 1991/11/01 1991, p. 2498-2502.

[GAR 98] C. Garcia-Jaldon, D. Dupeyre, et M.R. Vignon, "Fibres from semi-retted hemp bundles by steam explosion treatment," *Biomass and Bioenergy*, vol. 14, 1998, p. 251-260.

[GAR 08] D.J. Gardner, "Adhesion Mechanisms of Durable Wood Adhesive Bonds," in *Characterization of the Cellulosic Cell Wall*: Blackwell Publishing Professional, 2008, pp. 254-265.

[GHA 99] K. Ghavami, R.D. Toledo Filho, et N.P. Barbosa, "Behaviour of composite soil reinforced with natural fibres", *Cement and Concrete Composites*, vol. 21, 1999, p. 39-48.

[GIE 07] Groupe d'experts Intergouvernemental sur l'évolution du climat, *Seconde évaluation du GIEC - Changement de climat 2007*, Programme des Nations Unies pour l'Environnement, 2007.
http://www.ipcc.ch/pdf/assessment-report/ar4/syr/ar4_syr_fr.pdf (14/09/10)

[GIE 95] Groupe d'experts Intergouvernemental sur l'évolution du climat, *Seconde évaluation du GIEC - Changement de climat 1995*, Programme des Nations Unies pour l'Environnement, 1995.
<http://www.ipcc.ch/pdf/climate-changes-1995/ipcc-2nd-assessment/2nd-assessment-fr.pdf> (14/09/10)

[GIE 04] Z. Giergiczny, "Effect of some additives on the reactions in fly ASH-Ca(OH)₂ system," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 76, 2004, p. 747-754.

[GOV 04] A. Govin, *Aspects physico-chimiques de l'interaction bois-béton - Modification de l'hydratation du ciment par le bois*, Thèse de doctorat, Université de Saint-Etienne, 2004.

[GOY 07] S. Goyer, *Caractérisation des propriétés microstructurales et hydriques de bétons légers. Application à la modélisation des transferts hydriques*. Mémoire de recherche, ENTPE-LCPC, 2007.

[GRA 88] H.E. Gram, "Durability of natural fibres in concrete", *Natural fibre reinforced cement and concrete*, 1988, p. 143-172.

[GRE 09] Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement Durable et de la Mer, *Dossier de Presse*, Conférence sur les avancées du plan Bâtiment du Grenelle de l'environnement, 28 Oct. 2009.

[GRO 99] C. Groot, et J. Larbi, "The influence of water flow (reversal) on bond strength development in young masonry. ", *Heron*, vol. 44, 1999, p. 63-77.

[GUY 10] E. Guyon, A. Pedregosa, B. Salviat, *Matière et matériaux – De quoi est fait le monde ?*, Editions Belin, 2010, 336p.

[H]

[HAC 90] M. Hachmi, A.A. Moslemi, et A.G. Campbell, "A new technique to classify the compatibility of wood with cement," *Wood Science and Technology*, vol. 24, 1990, p. 345-354.

[HEG 10] M. Hegger, V. Auch-Schwelk, M. Fuchs, T. Rosenkranz, *Construire – Atlas des matériaux*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2010.

[HIR 10] E. Hirst, P. Walker, K. Paine, T. Yates, "Characterisation of Low Density Hemp-Lime Composite Building Materials under Compression Loading," 2010, Actes de la 2^{ème} conférence Internationale sur les Matériaux et Technologies de la construction durable, Ancona (Italie), 28-30 Juin 2010.

[HOF 84] A.D. Hofstrand, A.A. Moslemi, et J.F. Garcia, "Curing characteristics of wood particles from 9 northern rockys mountain species mixed with portland cement," *Forest Products Journal*, vol. 34, 1984, p. 57-61.

[HQE 01] D. Valicourt, J. Hetzel, L. Nagy, S. Nibel, G. Olive, P. Troadec, *Référentiel HQE*, Association HQE, 2001.
<http://www.assohqe.org/docs/sme.pdf>, (15/09/10)

[HUS 08] Y. Hustache, L. Arnaud, *Synthèse des connaissances sur les bétons et mortiers de chanvre*, Association construire en Chanvre, 2008.

[I]

[IFE 08] Institut Français de l'Environnement, *Les quantités de déchets produits et éliminés en France en 2004*, Dossiers de l'IFEN, 2008.

http://www.stats.environnement.developpement-durable.gouv.fr/uploads/media/dossier12_dechets.pdf (15/09/10)

[IGA 08] C. Igathinathane, L.O. Pordesimo, E.P. Columbus, W.D. Batcheloret, S.R. Methuku, "Shape identification and particles size distribution from basic shape parameters using ImageJ," *Computers and Electronics in Agriculture*, vol. 63, 2008, p. 168-182.

[IGA 09] C. Igathinathane, L.O. Pordesimo, E.P. Columbus, W.D. Batcheloret, S. Sokhansanj, "Sieveless particle size distribution analysis of particulate materials through computer vision," *Computers and Electronics in Agriculture*, vol. 66, 2009, p. 147-158.

[IND 08] F. Indelicato, et M. Paggi, "Specimen shape and the problem of contact in the assessment of concrete compressive strength," *Materials and Structures*, vol. 41, 2008, p. 431-441.

[IZA 10] A. Izaguirre, J. Lanas, et J.I. Álvarez, "Behaviour of a starch as a viscosity modifier for aerial lime-based mortars," *Carbohydrates Polymers*, vol. 80, 2010, p. 222-228.

[J]

[JAC 94] G. Jackson, et J. Grace, "Cavitation and water transport in trees," *Endeavour*, vol. 18, 1994, p. 50-54.

[JIM 93] L. Jimenez, et F. Lopez, "Characterization of paper sheets from agricultural residues," *Wood and Science technology*, vol. 27, 1993, p. 468-474.

[JOU 11] P. Jouffret, F. Labalette, et J. Thibierge, "Atouts et besoins en innovations du tournesol pour une agriculture durable," *Innovations Agronomiques*, vol. 14, 2011, p. 1-17.

[JUL 09] A. Jullien, *A propos de développement durable en génie civil-Méthodes et applications du laboratoire à l'ouvrage*, Actes du 27ème congrès de l'AUGC, Saint-Malo, 3-5 Juin 2009.
<http://www.augc09.univ-rennes1.fr/> (15/09/10)

[K]

[KAR 06] S.R. Karade, M. Irle, et K. Maher, "Influence of granule properties and concentration on cork-cement compatibility," *European Journal of Wood and Wood Products*, vol. 64, 2006, p. 281-286.

[KHA 98] K. Khayat, "Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials. An overview,"

Cement and Concrete Composites, vol. 20, 1998, p. 171-188.

[KHA 08-1] M. Khazma, N. El Hajj, A. Goullieux, R.M. Dheilley, et M. Queneudec, "Influence of sucrose addition on the performance of a lignocellulosic composite with a cementitious matrix," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, Déc. 2008, p. 1901-1908.

[KHA 08-2] M. Khazma, A. Goullieux, R-M. Dheilley, M. T'Kint, *The use of modified flax shives in cementitious composites and the repercussion of these modifications on their behaviour in the cement matrix*, Proceedings of International conference on flax and other bast fibres, Saskatoon (Canada), 20-24 Juil. 2008, p. 388-398.

www.saskflax.com/documents/fb_papers/77_Khazma.pdf (04/10/10)

[KHE 01] J. Khedari, B. Suttisonk, N. Pratinthong, et J. Hirunlabh, "New lightweight composite construction materials with low thermal conductivity," *Cement and Concrete Composites*, vol. 23, Fév. 2001, p. 65-70.

[KHR 96] P. Khristova, N. Yossifov, et S. Gabir, "Particle board from sunflower stalks: Preliminary trials," *Bioresource Technology*, vol. 58, 1996, p. 319-321.

[KNA 09] E. Knapen, et D. Van Gemert, "Cement hydration and microstructure formation in the presence of water-soluble polymers," *Cement and Concrete Research*, vol. 39, 2009, p. 6-13.

[KNI 03] C.J. Knill et J.F. Kennedy, "Degradation of cellulose under alkaline conditions", *Carbohydrate Polymers*, vol. 51, Fév. 2003, p. 281-300.

[KNU 84] T. Knudsen, "The dispersion model for hydration of portland cement I. General concepts," *Cement and concrete research*, vol. 14, 1984, p. 622-630.

[KRA 07] J.C. Krapez, "Mesure de l'effusivité thermique - Méthodes par contact," *Techniques de l'ingénieur*, 2007, p. 22.

[KRI 05] A. Kriker, G. Debicki, A. Bali, M. Khenfer, et M. Chabannet, "Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate," *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, Mai. 2005, p. 554-564.

[KRI 08] A. Kriker, A. Bali, G. Debicki, M. Bouziane, et M. Chabannet, "Durability of date palm fibres and their use as reinforcement in hot dry climates," *Cement and Concrete Composites*, vol. 30, Aoû. 2008, p. 639-648.

[KYO 98] Nations Unies, *Protocole de Kyoto à la convention cadre des Nations unies sur les changements climatiques*, Nations Unies, 1998.

<http://unfccc.int/resource/docs/convkp/kpfrench.pdf> (15/09/10)

[LAK 07] J. Laskowski, Q. Liu, et C. O'Connor, "Current understanding of the mechanism of polysaccharide adsorption at the mineral/aqueous solution interface", *International Journal of Mineral Processing*, vol. 84, Oct. 2007, p. 59-68.

[LAU 07] C. Laumonier, N. Roudil, M. Colombard-Prout, *Le rôle des artisans dans la diffusion des meilleurs techniques énergétiques possibles*, CSTB, 2007.
http://www.cstb.fr/fileadmin/documents/webzines/2008-02/Rapport_Artinova_nov_2007.pdf
 (14/09/10)

[LAU 89] J.P. Laurent, "Evaluation des paramètres thermiques d'un milieu poreux " *Int. J. of Heat Mass Transfer*, vol. 32, 1989, p. 1247-1259.

[LAZ 99] M. Lazzari, et O. Chiantore, "Drying and oxidative degradation of linseed oil," *Polymer degradation and stability*, vol. 65, 1999, p. 303-313.

[LAZ 05] M. Lazghab, K. Saleh, P. Guigon, "Etude de l'hydrophobisation par un traitement chimique de solides divisés en phase organique et phase sèche en lit fluidisé", *Récents progrès en Génie des Procédés*, vol. 92, 2005, 8 pages.
http://www.cnam.fr/CIGP/intraCIGP/congres/SFGP2005/PDF_GLOBAL/COMMUNICATIONS/K/K5_LAZGHAB.pdf (04/10/10)

[LEN 11] T. Le Ngoc Huyen, M. Queneudec T'Kint, C. Remond, B. Chabbert, et R.-M. Dheilly, "Saccharification of *Miscanthus x giganteus*, incorporation of lignocellulosic by-product in cementitious matrix," *Comptes Rendus Biologies*, vol. 334, 2011, p. 837.e1-837.e11.

[LEK 09] N. Leklou, J. Aubert, et G. Escadeillas, "Microscopic observations of samples affected by delayed ettringite formation (DEF)", *Materials and Structures*, vol. 42, 2009, p. 1369-1378.

[LET 08] M. Le Troedec, D. Sedan, C. Peyratout, J.P. Bonnet, A.s. Smith, R. Guinebretiere et al.P. Krausz, "Influence of various chemical treatments on the composition and structure of hemp fibres," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 39, 2008, p. 514-522.

[LET 09] M. Le Troedec, C.S. Peyratout, A. Smith, et T. Chotard, "Influence of various chemical treatments on the interactions between hemp fibres and a lime matrix," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 29, 2009, p. 1861-1868.

[LET 11] M. Le Troëdec, A. Rachini, C. Peyratout, S. Rossignol, E. Max, O. Kaftan et al.A. Smith, "Influence of chemical treatments on adhesion properties of hemp fibres," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 356, 2011, p. 303-310.

[LI 00] Y. Li, Y. Mai, et L. Ye, "Sisal fibre and its composites: a review of recent developments", *Composites Science and Technology*, vol. 60, Août. 2000, p. 2037-2055.

[LIU 00] Q. Liu, Y. Zhang, et J.S. Laskowski, "The adsorption of polysaccharides onto mineral surfaces: an acid/base interaction", *International Journal of Mineral Processing*, vol. 60, Déc. 2000, p. 229-245.

[LO 04] T.Y. Lo et H.Z. Cui, "Effect of porous lightweight aggregate on strength of concrete," *Materials Letters*, vol. 58, Fév. 2004, p. 916-919.

[LOU 00] A. Loukili, D. Chopin, A. Khelidj, et J.-Y. Le Touzo, "A new approach to determine autogenous shrinkage of mortar at an early age considering temperature history," *Cement and concrete research*, vol. 30, 2000, p. 915-922.

[LUR 07] P. Lura, et O. Jensen, "Measuring techniques for autogenous strain of cement paste," *Materials and Structures*, vol. 40, 2007, p. 431-440.

[M]

[MAG 10] C. Magniont, *Contribution à la formulation et à la caractérisation d'un écomatériau de construction à base d'agroressources*, Thèse de Doctorat, Université Toulouse III, 2010.

[MAR 09] M. Marcandier, *Traité Du Chanvre*: Kessinger Publishing, 2009.

[MAS 74] F. Massazza, *Structure of pozzolana and fly-ash and the hydration of pozzolanic and fly-ash cements*, Paris, 1974.

[MER 07] M. Merzoud, *Elaboration et caractérisation d'un matériau composite à base de fibres de diss dans la fabrication de la maçonnerie*, Thèse de Doctorat, Université Badgi Mohktar Annaba (Algérie), 2007.

[MIL 74] J. Millet, R. Hommey, I. A. Voinovitch et al., "Etude minéralogique des pâtes pouzzolanes chaudes", *Bulletin de liaison Laboratoire des Ponts et Chaussées*, vol. 74, Nov-Déc. 1974, pp. 59-63.

[MIL 76] J. Millet, A. Fournier, R. Sierra, "Rôle des chaux industrielles dans leur emploi avec les matériaux à caractère pouzzolanique", *Bulletin de liaison Laboratoire des Ponts et Chaussées*, vol. 83, Mai-Juin 1976, pp. 91-98.

[MOH 05] B. Mohr, H. Nanko, et K. Kurtis, "Durability of kraft pulp fiber-cement composites to wet/dry cycling", *Cement and Concrete Composites*, vol. 27, Avr. 2005, p. 435-448.

[MOH 06] B. Mohr, J. Biernacki, et K. Kurtis, "Microstructural and chemical effects of wet/dry cycling on pulp fiber-cement composites", *Cement and Concrete Research*, vol. 36, 2006, p. 1240 - 1251.

[MOL 00] M.Y.A. Mollah, W. Yu, R. Schennach, et D.L. Cocker, "A Fourier transform infrared spectroscopic investigation of the early hydration of Portland cement and the influence of sodium lignosulfonate," *Cement and Concrete Research*, vol. 30, 2000, p. 267-273.

[MON 08] P. Monreal, L.B. Mboumba-Mamboundou, R.M. Dheilly, M. Queneudec, *Evaluation de l'efficacité des traitements physicochimiques sur les performances mécaniques des bétons lignocellulosiques confectionnés à partir de pulpes de betterave*, Actes du congrès Orgagec'08, Marne-la-Vallée, 27-29 Août 2008.

http://www.orgagec.com/communicationsf0222010/doc_7.pdf (15/09/10)

[MON 11] P. Monreal, L.B. Mboumba-Mamboundou, R.M. Dheilly, et M. Quéneudec, "Effects of aggregate coating on the hygral properties of lignocellulosic composites," *Cement and Concrete Composites*, vol. 33, 2011, p. 301-308.

[MOR 96] D.R. Morgan, "Compatibility of concrete repair materials and systems," *Construction and Building Materials*, vol. 10, 1996, p. 57-67.

[MOS 83] A.A. Moslemi, J.F. Garcia, et A.D. Hofstrand, "Effect of various treatments and additives on wood - portland cement - water systems," *Wood and Fiber Science*, vol. 15, 1983, p. 164-176.

[MOU 03] P. Mounanga, *Étude expérimentale du comportement de pâtes de ciment au très jeune âge : hydratation, retraits, propriétés*, Thèse de doctorat, Université de Nantes, 2003.

[MOU 09] P. Mounanga, P. Poullain, G. Bastian, P. Glouannec et H. Khelifi, *Influence de la composition et du mode de mise en oeuvre sur le développement des propriétés mécaniques du béton de chanvre*, Actes du 27ème congrès de l'AUGC, Saint-Malo, 3-5 Juin 2009.

<http://www.augc09.univ-rennes1.fr/> (14/09/10)

[MUR 10] F. Murphy, Pavia, S., Walker, R., *An assesment of the physical properties of lime-hemp concrete*, Actes du congrès 5th Bridge & Infrastructure Research in Ireland Conference (BCRI2010), Cork, Ireland, 2-3 Sept 2010.

[N]

[NAG 85] E. Nagele, "The zeta-potential of cement," *Cement and concrete research*, vol. 15, 1985, p. 453-462.

[NAR 03] M. Nardin, et J. Schultz, "Theories and Mechanisms of Adhesion," in *Handbook of Adhesive Technology, Revised and Expanded*: CRC Press, 2003.

[NAZ 99] A.M. Nazar, F.A. Silva, et J.J. Ammann, "Image processing for particle characterization," *Materials Characterization*, vol. 36, 1999, p. 165-173.

[NEN 09] A.Y. Nenonene, *Elaboration et caractérisation mécanique de panneaux de particules de tige de kénaf et de bioadhésifs à base de colle d'os, de tannin ou de mucilage*, Thèse de Doctorat, INP Toulouse, 2009.

<ethesis.inp-toulouse.fr/archive/00000875/01/nenonene.pdf> (29/09/10)

[NGU 09-1] T.T. Nguyen, *Contribution à l'étude de la formulation et du procédé de fabrication d'éléments de construction en béton de chanvre*, Thèse de Doctorat, Université Bretagne Sud, 2009.

http://web.univ-ubs.fr/limatb/lab/index.php?option=com_docman&task=doc_download&gid=67 (14/09/10)

[NGU 09-2] T.T. Nguyen, V. Picandet, S. Amziane, et C. Baley, "Influence of compactness and hemp hurd characteristics on the mechanical properties of lime and hemp concrete", *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 13, 2009, p. 1039-1050.

[NGU 10] T.T. Nguyen, V. Picandet, P. Carre, T. Lecompte, S. Amziane, et C. Baley, "Effect of compaction on mechanical and thermal properties of hemp concrete", *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, vol. 14, 2010, p. 545-560.

[NIK 10] K.J. Niklas, et H.-C. Spatz, "Worldwide correlations of mechanical properties and green wood density," *American Journal of Botany*, vol. 97, October 1, 2010 2010, p. 1587-1594.

[NOZ 12] V. Nozahic, S. Amziane, G. Torrent, K. Saïdi, et H. De Baynast, "Design of green concrete made of plant-derived aggregates and a pumice-lime binder," *Cement and Concrete Composites*, vol. 34, 2012, p. 231-241.

[NOZ 12-2] V. Nozahic, S. Amziane, "Influence of sunflower aggregates surface treatments on physical properties with a mineral binder," *Composites Part A : Applied Science and manufacturing*, manuscript accepté.

[NOZ 12-3] V. Nozahic, S. Amziane, *Vers des bétons de chanvre à hautes performances mécaniques*, Actes du 30ème congrès de l'AUGC, Chambéry, 6-8 Juin 2012.
<http://www.polytech.univ-savoie.fr/index.php?id=2131> (04/07/12)

[O]

[OEC 04] OECD/IEA, *Joint workshop on Sustainable buildings : towards sustainable use of building stock*, OECD publications, 2004.
www.oecd.org/dataoecd/9/20/35896769.pdf (15/09/10)

[OEC 08] OECD, *Household Behaviour and the Environment – Reviewing the evidence*, OECD publications, 2008.
<http://www.oecd.org/dataoecd/19/22/42183878.pdf> (15/09/10)

[OLL 95] J.P. Ollivier, J.C. Maso, et B. Bourdette, "Interfacial transition zone in concrete," *Advanced Cement Based Materials*, vol. 2, Jan. 1995, p. 30-38.

[OLO 08] A.O. Olorunnisola, "Effects of pre-treatment of rattan (*Laccosperma secundiflorum*) on the hydration of Portland cement and the development of a new compatibility index," *Cement and Concrete Composites*, vol. 30, 2008, p. 37-43.

[ONU 92] Nations Unies, *Convention Cadre des Nations Unies sur le Changement Climatique*, ONU, 1992.
<http://unfccc.int/resource/docs/convkp/convfr.pdf> (15/09/10)

[PAI 09] H. Paiva, L.P. Esteves, P.B. Cachim, et V.M. Ferreira, "Rheology and hardened properties of single-coat render mortars with different types of water retaining agents," *Construction and Building Materials*, vol. 23, 2009, p. 1141-1146.

[PAL 09] M. Palacios, F. Puertas, P. Bowen, et Y.F. Houst, "Effect of PCs superplasticizers on the rheological properties and hydration process of slag-blended cement pastes," *Journal of Materials Science*, vol. 44, 2009, p. 2714-2723.

[PAT 11] L. Patural, P. Marchal, A. Govin, P. Grosseau, B. Ruot, et O. Devès, "Cellulose ethers influence on water retention and consistency in cement-based mortars," *Cement and Concrete Research*, vol. 41, 2011, p. 46-55.

[PAV 07] S. Pavia et E. Treacy, "A comparative study of the durability and behaviour of fat lime and feebly-hydraulic lime mortars", *Materials and Structures*, vol. 39, Avr. 2006, p. 391-398.

[PAV 10] S. Pavia, et R. Hanley, "Flexural bond strength of natural hydraulic lime mortar and clay brick," *Materials and Structures*, vol. 43, 2010, p. 913-922.

[PAY 03] J. Paya, J. Monza, M.V. Borrachero, et S. Velazquez, "Evaluation of the pozzolanic activity of fluid catalytic cracking catalyst residue (FC3R). Thermogravimetric analysis studies on FC3R-Portland cement pastes," *Cement and Concrete Research*, vol. 33, 2003, p. 603-609.

[PEJ 08] B.M. Pejic, M.M. Kostic, P.D. Skundric, et J.Z. Praskalo, "The effects of hemicelluloses and lignin removal on water uptake behavior of hemp fibers", *Bioresource Technology*, vol. 99, Oct. 2008, p. 7152-7159.

[PES 04] A. Peschard, A. Govin, P. Grosseau, B. Guilhot, et R. Guyonnet, "Effect of polysaccharides on the hydration of cement paste at early ages," *Cement and Concrete Research*, vol. 34, Nov. 2004, p. 2153-2158.

[PES 06] A. Peschard, A. Govin, J. Pourchez, E. Fredon, L. Bertrand, S. Maximilien, et B. Guilhot, "Effect of polysaccharides on the hydration of cement suspension", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 26, 2006, p. 1439-1445.

[PEU 08] B. Peuportier, *Eco-conception des bâtiments et des quartiers*, Presses de l'école des Mines, Collection Sciences de la Terre, 2008

[PIC 94] H. Pichon, *Le système « Pouzzolanes naturelles - Chaux - Eau » à 28 et 100°C - Relations entre la réactivité chimique, les phases néoformées et les conséquences physico-mécaniques (application aux matériaux volcaniques du Massif Central Français)*, Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier - Grenoble I, 1994.

[PNU 09] Programme des Nations Unies pour l'Environnement, *Avancées scientifiques et développements dans notre environnement en mutation*, ONU, 2009

http://www.unep-wcmc.org/latenews/docs/unepYearBook/fr/FR-GEO_09-Low.pdf (15/09/10)

[POU 06] J. Pourchez, *Aspects physico-chimiques de l'interaction des éthers de cellulose avec la matrice cimentaire*, Thèse de doctorat, ENS Mines de St Etienne, 2006.

<tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/12/29/35/PDF/J-Pourchez.pdf> (29/09/10)

[POU 06-2] J. Pourchez, A. Govin, P. Grosseau, R. Guyonnet, B. Guilhot, et B. Ruot, "Alkaline stability of cellulose ethers and impact of their degradation products on cement hydration," *Cement and Concrete Research*, vol. 36, Jul 2006, p. 1252-1256.

[POU 10] J. Pourchez, B. Ruot, J. Debayle, E. Pourchez, et P. Grosseau, "Some aspects of cellulose ethers influence on water transport and porous structure of cement-based materials," *Cement and Concrete Research*, vol. 40, 2010, p. 242-252.

[PRE 07] PREBAT, *Comparaison internationale bâtiment et énergie*, ADEME-PUCA-CSTB, 2007

<http://www.prebat.net/benchmark/document/A-total-2008.pdf> (15/09/10)

[PRI 10] B. Printz, G. Le Brenn, C. Dattas et F. Bedard, *Elaboration d'un Agrobéton : Choix de végétaux en région Auvergne et susceptibles de répondre aux exigences du matériau recherché*, Projet étudiant Master 2, VetAgroSup Clermont-Ferrand, 2010

[PUR 08] A. Puri, A. Badanoiu, et G. Voicu, "Eco-friendly material based on fly ash," *Revue Roumaine de Chimie*, vol. 53, 2008, p. 1069-1076.

[R]

[RAL 01] M. Ralet, V. Dronnet, H.C. Buchholt, et J. Thibault, "Enzymatically and chemically de-esterified lime pectins: characterisation, polyelectrolyte behaviour and calcium binding properties", *Carbohydrate Research*, vol. 336, Nov. 2001, p. 117-125.

[RAM 12] S. Ramirez-Arellanes, P.F.d.J. Cano-Barrita, F. Julian-Caballero, et C. Gomez-Yanez, *Concrete Durability Properties and Microstructural Analysis of Cement Pastes with Nopal Cactus Mucilage as a Natural Additive*, *Materiales de construccion*, 2012, manuscrit accepté.

[RAV 70] P.H. Raven, et H. Curtis, *Biology of plants*: Worth Publishers, 1970, 706p.

[REA 06] REACH, *Règlement (CE) n°1907/2006 du Parlement Européen*, Journal Officiel de l'Union Européenne, 2006

http://www.drire.gouv.fr/paca/di/reach/reglt_reach.pdf (15/09/10)

[RES 00] F. Restagno, *Interactions entre contacts solides et cinétique de la condensation capillaire. Aspects macroscopiques et aspects microscopiques*. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2000.

[RIL 06] J. Rilling, *La construction intelligente en énergie ? Sciences, Technologies et Société*, Sciences et devenir de l'homme - Les Cahiers du M.U.R.S., 2006

http://documents.irevues.inist.fr/bitstream/handle/2042/15273/MURS_2006_50-51_90.pdf;jsessionid=28D908FC9FD0584D5FA835EA2F81E496?sequence=1 (15/09/10)

[RIV 91] B. River, C. Vick, et R. Gillepsie, "Wood as an adherend," in *Treatise on adhesion and adhesives*. vol. 7, J. D. Minford, Ed., New-York, 1991.

[ROW 05] R. Rowell, "Moisture properties," in *Handbook Of Wood Chemistry And Wood Composites*, R. Rowell, Ed.: CRC Press, 2005, 21p.

[S]

[SAM 08] D. Samri, *Analyse physique et caractérisation hygrothermique des matériaux de construction; approche expérimentale et modélisation numérique*, Thèse de Doctorat, INSA de Lyon, 2008
<http://docinsa.insa-lyon.fr/these/pont.php?id=samri> (14/09/10)

[SAV 99] H. Savastano et V. Agopyan, "Transition zone studies of vegetable fibre-cement paste composites", *Cement and Concrete Composites*, vol. 21, 1999, p. 49-57.

[SAV 00-1] H. Savastano, P.G. Warden, et R.S.P. Coutts, "Brazilian waste fibres as reinforcement for cement-based composites," *Cement and Concrete Composites*, vol. 22, Oct. 2000, p. 379-384.

[SAV 00-2] H. Savastano, P.G. Warden, et R.S.P. Coutts, "Ground iron blast furnace slag as a matrix for cellulose-cement materials", *Cement and Concrete Composites*, vol. 23, Aoû., p. 389-397.

[SAV 02] H. Savastano, V. John, V. Agopyan, et O. Ferreira, "Weathering of vegetable fibre-clinker free cement composites", *Materials and Structures*, vol. 35, Jan. 2002, p. 64-68.

[SCH 68] E.H. Schwiete, et U. Ludwig, *Crystal structure and properties of cement hydration products (hydrates calcium aluminates and ferrites)*, Actes du 5ème symposium sur la chimie du ciment, Tokyo, 1968, 37p.

[SED 07-1] D. Sedan, *Etude des interactions physico-chimiques aux interfaces fibres de chanvre ciment. Influence sur les propriétés mécaniques du composite*, Thèse de Doctorat, Université Limoges, 2007.
http://www.unilim.fr/theses/2007/sciences/2007limo4055/sedan_d.pdf (15/09/10)

[SED 07-2] D. Sedan, C. Pagnoux, T. Chotard, A. Smith, D. Lejolly, V. Gloaguen, et P. Krausz, "Effect of calcium rich and alkaline solutions on the chemical behaviour of hemp fibres," *Journal of Materials Science*, vol. 42, Nov. 2007, p. 9336-9342.

[SED 08] D. Sedan, C. Pagnoux, A. Smith, et T. Chotard, "Mechanical properties of hemp fibre reinforced cement: Influence of the fibre/matrix interaction", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 28, 2008, p. 183-192.

[SEM 02] K.E. Semple, R.B. Cunningham, et P.D. Evans, "The suitability of five Western Australian mallee eucalypt species for wood-cement composites", *Industrial Crops and Products*, vol. 16, Sep. 2002, p. 89-100.

- [SER 80] R. Sersale, V. Sabatelli, et G.L. Valenti, *Influence of some retarders on the hydration, at early ages, of tricalcium aluminate*, Actes du 7ème congrès International sur la Chimie du Ciment, Paris, Vol. 4, 546-552, 1980.
- [SER 09] Sustainable Europe Research Institute (SERI), Austria and GLOBAL 2000, *Overconsumption ? Our use of the world's national resources*, SERI, GLOBAL 2000, 2009
http://www.foeeurope.org/publications/2009/Overconsumption_Sep09.pdf (15/09/10)
- [SHA 07] E. Sharmin, S.M. Ashraf, et S. Ahmad, "Synthesis, characterization, antibacterial and corrosion protective properties of epoxies, epoxy-polyols and epoxy-polyurethane coatings from linseed and Pongamia glabra seed oils," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 40, 2007, p. 407-422.
- [SHI 95] C. Shi et R.L. Day, "Acceleration of the reactivity of fly ash by chemical activation", *Cement and Concrete Research*, vol. 25, Jan. 1995, p. 15-21.
- [SHI 99] T. Shimizu, et E. Kenndler, "Capillary electrophoresis of small solutes in linear polymer solutions: Relation between ionic mobility, diffusion coefficient and viscosity," *Electrophoresis*, vol. 20, 1999, p. 3364-3372.
- [SHI 00-1] C. Shi et R.L. Day, "Pozzolanic reaction in the presence of chemical activators: Part I. Reaction kinetics," *Cement and Concrete Research*, vol. 30, Jan. 2000, pp. 51-58.
- [SHI 00-2] C. Shi et R.L. Day, "Pozzolanic reaction in the presence of chemical activators: Part II ~ Reaction products and mechanism," *Cement and Concrete Research*, vol. 30, Avr. 2000, pp. 607-613.
- [SHI 01] C. Shi et R.L. Day, "Comparison of different methods for enhancing reactivity of pozzolans," *Cement and Concrete Research*, vol. 31, Mai. 2001, pp. 813-818.
- [SIL 05] D.A. Silva, H.R. Wenk, et P.J.M. Monteiro, "Comparative investigation of mortars from Roman Colosseum and cistern," *Thermochimica Acta*, vol. 438, 2005, p. 35-40.
- [SLE 10] H. Sleiman, A. Perrot, et S. Amziane, "A new look at the measurement of cementitious paste setting by Vicat test," *Cement and Concrete Research*, vol. 40, 2010, p. 681-686.
- [SRI 10] S. Srinivasan, S.A. Barbhuiya, D. Charan, et S.P. Pandey, "Characterising cement-superplasticiser interaction using zeta potential measurements," *Construction and Building Materials*, vol. 24, 2010, p. 2517-2521.
- [STA 69] A.J. Stamm, et W.E. Smith, "Laminar sorption and swelling theory for wood and cellulose," *Wood Science and Technology*, vol. 3, 1969, p. 301-323.
- [SUD 06] R. Sudin et N. Swamy, "Bamboo and wood fibre cement composites for sustainable infrastructure regeneration", *Journal of Materials Science*, vol. 41, Nov. 2006, p. 6917-6924.
- [SUG 01] Sugo, *The developpement of mortar/unit bond*, Actes du congrès 9th Canadian Masonry

symposium, Fredericton, 4-6 Juin 2001.

[SUR 10] L.M. Surhone, M.T. Timplendon, et S. Marseken, "Zeta Potential," V. P. House, Ed., 2010, 88p.

[T]

[TAH 85] A.S. Taha, M.A. Serry, et H. El-Didamony, "Hydration characteristics of metakaolin-lime-gypsum," *Thermochimica Acta*, vol. 90, 1985, p. 287-296.

[THI 05] M. Thiery, *Modélisation de la carbonatation atmosphérique des matériaux cimentaires*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2005.

[THO 83] N.L. Thomas, et J.D. Birchall, "The retarding action of sugars on cement hydration," *Cement and Concrete Research*, vol. 13, 1983, p. 830-842.

[TOL 00] R.D. Toledo Filho, K. Scrivener, G.L. England, et K. Ghavami, "Durability of alkali-sensitive sisal and coconut fibres in cement mortar composites", *Cement and Concrete Composites*, vol. 22, Avr. 2000, p. 127-143.

[TOL 03] R.D. Toledo Filho, K. Ghavami, G.L. England, et K. Scrivener, "Development of vegetable fibre-mortar composites of improved durability", *Cement and Concrete Composites*, vol. 25, Fév. 2003, p. 185-196.

[TON 10] G. Tonoli, H. Savastano Jr., E. Fuente, C. Negro, A. Blanco, et F. Rocco Lahr, "Eucalyptus pulp fibres as alternative reinforcement to engineered cement-based composites", *Industrial Crops and Products*, vol. 31, Mar. 2010, p. 225-232.

[TRA 10] A. Tran Le, C. Maalouf, T. Mai, E. Wurtz, et F. Collet, "Transient hygrothermal behaviour of a hemp concrete building envelope," *Energy and Buildings*, vol. In Press, Corrected Proof.

[TSE 05] V. Tserki, P. Matzinos, S. Kokkou, et C. Panayiotou, "Novel biodegradable composites based on treated lignocellulosic waste flour as filler. Part I. Surface chemical modification and characterization of waste flour," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 36, 2005, p. 965-974.

[TUR 07] P. Turgut, "Cement composites with limestone dust and different grades of wood sawdust," *Building and Environment*, vol. 42, Nov. 2007, p. 3801-3807.

[U]

[UBB 98] P. Ubbriaco, et F. Tasselli, "A Study of the Hydration of Lime-Pozzolan Binders," *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, vol. 52, 1998, p. 1047-1054.

[UCH 97] H. Uchikawa, S. Hanehara, et D. Sawaki, "The role of steric repulsive force in the dispersion of cement particles in fresh paste prepared with organic admixture," *Cement and concrete research*, vol. 27, 1997, p. 37-50.

[V]

[VAL 99] A. Valadez-Gonzalez, J.M. Cervantes-Uc, R. Olayo, et P.J. Herrera-Franco, "Effect of fiber surface treatment on the fiber-matrix bond strength of natural fiber reinforced composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 30, 1999, p. 309-320.

[VER 03] G. Verardo, E. Pagani, P. Geatti, et P. Martinuzzi, "A thorough study of the surface wax of apple fruits," *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, vol. 376, 2003, p. 659-667.

[VIC 1818] L. Vicat, "Recherches expérimentales sur les chaux de construction, les bétons et les mortiers ordinaires", *Goujon*, 1818, 97 p.

[VIC 99] C. Vick, "Adhesive bonding of wood materials," in *Wood handbook : wood as an engineering material*. vol. 113, W. U. F. S. Madison, Ed.: General technical report FPL, 1999, p. 9.1-9.24.

[VIT 00] Vitruve, *Les dix Livres d'architecture de Vitruve*, Bibliothèque de l'Image, 2000.

[W]

[WAL 00] M. Walinder, *Wetting phenomena on wood - Factors influencing measurements of wood wettability*, Thèse de doctorat, Manufacturing Systems, KTH-Royal Institute of Technology, Stockholm, 2000.

[WAS 12] L. Wastiels, H.N.J. Schifferstein, A. Heylighen, et I. Wouters, "Relating material experience to technical parameters: A case study on visual and tactile warmth perception of indoor wall materials," *Building and Environment*, vol. 49, 2012, p. 359-367.

[WEI 00] Y. Wei, Y. Zhou, et B. Tomita, "Study of hydration behavior of wood cement-based composite II: effect of chemical additives on the hydration characteristics and strengths of wood-cement composites," *Journal of Wood Science*, vol. 46, 2000, p. 444-451.

[WIE 05] A. Wiedenhoeft, et R. Miller, "Structure and Function of Wood," in *Handbook of Wood Chemistry and Wood Composites*: CRC Press, 2005.

[WIK 08] V. Wiktor, *Biodétérioration d'une matrice cimentaire par des champignons : Mise au point d'un test accéléré de laboratoire*, Thèse de doctorat, ENSM St-Etienne, 2008.

[WIR 00] E. Wirquin, R. Hadjieva-Zaharieva, et F. Buyle-Bodin, "Utilisation de l'absorption d'eau des bétons comme critères de leur durabilité—Application aux bétons de granulats recyclés," *Materials and Structures*, vol. 33, 2000, p. 403-408.

[WOL 06] M. Woloszyn, M. May, J. Kwiatkowski, *Influence des conditions aux limites sur les mesures de « l'inertie hygrique » des matériaux de construction*, Actes du 24ème congrès de l'AUGC, La Grande Motte, 1-2 Juin 2006

<http://www.gc.iut-nimes.fr/internet/augc/index.htm> (15/09/10)

[WU 08] Y. Wu, P. Shuler, M. Blanco, Y. Tang, et W. Goddard, "An Experimental Study of Wetting Behavior and Surfactant EOR in Carbonates With Model Compounds," *Society of Petroleum Engineers Journal*, vol. 13, 2008, p. 26-34.

[Y]

[YI 06] S.-T. Yi, E.-I. Yang, et J.-C. Choi, "Effect of specimen sizes, specimen shapes, and placement directions on compressive strength of concrete," *Nuclear Engineering and Design*, vol. 236, 2006, p. 115-127.

[YIN 07] Z. Yin, Z. Pan, C. Wang, Y. Dong, et Y. Ou, "Composition, structure and mechanical properties of several natural cellular materials," *Chinese Science Bulletin*, vol. 52, 2007, p. 2903-2908.

[Z]

[ZHA 06] Y.P. Zhang, K.P. Lin, R. Yang, H.F. Di, et Y. Jiang, "Preparation, thermal performance and application of shape-stabilized PCM in energy efficient buildings," *Energy and Buildings*, vol. 38, 2006, p. 1262-1269.

[ZHE 85] L. Zhengtian, et A.A. Moslemi, "Influence of chemical additives on the hydration characteristics of western larch wood-cement-cement-water mixtures," *Forest Products Journal*, vol. 35, 1985, p. 37-43.

ANNEXES

ANNEXE A : FICHES TECHNIQUES ET PRODUITS

ANNEXE B : METHODES DE CARACTERISATION

ANNEXE A. FICHES TECHNIQUES DES PRODUITS

A.1. CHAUX AERIENNE CL90



FICHE D'IDENTIFICATION

PRODUIT : CHAUX DECORCHAUX CL 90 poudre

TYPE : CHAUX CALCIQUE CL 90 s dp

Conforme à la norme NF EN 459-1 des chaux de construction

ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUE MOYENNES MESUREES SUR UNE ANNEE GLISSANTE

ESSAIS	EXIGENCES NORME EN 459-1	MESURES MOYENNES
MgO	$\leq 4 \%$	1.75%
CaO + MgO	$\geq 90\%$	97.2%
Refus 90 μm	$\leq 7 \%$	0.05%
Refus 200 μm	$\leq 2 \%$	0%
CO ₂	$\leq 4\%$	2.66%
M.V.A.	Aucunes	1.35 kg.l ⁻¹
EAU LIBRE	45 à 70	60 %
EXPANSION	$\leq 2 \text{ mm}$	0 mm
SO ₃	$\leq 2\%$	0.5%
ALCALIS (Na ₂ O.K ₂ O)	Aucune	0.56 %
BLANCHEUR Y	Aucune	90

ADJUVANTS : AUCUNS

A.2. ACTIVATEURS DE PRISE

A.2.a. Sulfate de soude Na_2SO_4

Fournisseur :

DOUSSELIN GOEFFRAY&JACQUET

BP23

2 Rue Gabriel Peri

69270 Couzon au Mont d'or

Nom du produit:
SULFATE DE SODIUM ANHYDRE POUDRE SAC 25

Formule chimique: Na_2SO_4

Aspect: Solide poudre de couleur blanc.

<u>VARIABLE</u>	<u>UNITÉ</u>	<u>MINIMUM</u>	<u>MAXIMUM</u>	<u>TYPIQUE</u>
Insolubles en acide	%		0,0100	
Teneur	%	99,50		
Zinc	ppm		1,0	
aluminium	ppm		1,00	
cadmium	ppm		1,00	
calcium	%		0,0300	
chlorure de sodium	%		0,3000	
chrome	ppm		1,00	
cobalt	ppm		1,00	
cuivre	ppm		1,00	
densité en vrac	g/cm ³	1,3000	1,5000	
eau	%		0,0500	
fer	ppm		5,00	
magnesium	%		0,0300	
manganèse	ppm		1,00	
nickel	ppm		1,00	
pH (sol. 1%)		6,50	7,50	
plomb	ppm		1,00	
titanium	ppm		1,0	
vanadium	ppm		1,0	

A.2.b. Chlorure de calcium $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Fournisseur :

DOUSSELIN GOEFFRAY&JACQUET

BP23

2 Rue Gabriel Peri

69270 Couzon au Mont d'or

Aspect :

Ecailles (épaisseur 1mm)

Analyse :

☒	CaCl_2	77.5% Min
☒	NaCl	Max 3 %
☒	Insolubles dans l'eau	Max 0, 1 %
☒	Eau de cristallisation	ca 17 %
☒	Fe^{3+}	max 85 mg/kg

Métaux lourds: (valeurs indicatives)

☒	Cadmium	< 2 ppm
☒	Plomb	< 4 ppm
☒	Cuivre	< 4 ppm
☒	Zinc	< 2 ppm
☒	Chrome	< 8 ppm
☒	Nickel	< 6 ppm

Emballage

Sacs 25 kg

Big bags 1.000 kg

Vrac

Granulométrie

> 5 mm en moyenne 1% - Std 0 - 5%
 5 - 4 mm en moyenne 3% - Std 1 - 10 %
 4 - 2 mm en moyenne 37% - Std 30 - 60%
 < 1 mm en moyenne 15% - Std 5 - 30%
 < 0.63 mm jusqu'à 10%

A.3. ETHER DE CELLULOSE MHS 15000 P6

A.3.a. Fiche technique

ShinEtsu**Tylose MHS 15000 P6**

Methylhydroxyethylcellulose

Product Specification

<u>Item</u>	<u>Specification</u>	<u>Unit</u>	<u>Method</u>
Texture/Physical form	very fine powder		
Solubility	soluble in cold water		
Ionicity	nonionic		
Active substance content of commercial product	min. 92.5	%	8100
Moisture, as packed	max. 6	%	8130
NaCl content	max. 1.5	%	8150
Particle size			
<0.100 mm (through 140 mesh)	min. 90	%	8010
<0.063 mm (through 230 mesh)	min. 65	%	8010
Viscosity			
1.0% absolutely dry, 20°C, 20°GH			
Grade, Höppler falling ball viscometer	15000	mPas	8320
Range, Brookfield RV, 20 rpm, sp. 5	11000 - 15000	mPas	8270

Remarks: PACKAGING AND STORAGE

This Tylose-type is supplied in multi-ply paper bags with polyethylene intermediate layer, shrink palletizing is available by ordering a minimum quantity of 1 pallet, and/or in big bags.

If stored in closed bags under dry conditions, Tylose has a long shelf life.

Product Code : 108684
CAS No : 9032-42-2
INCI Name : Methyl Hydroxyethylcellulose

Version : 1
Date of Issue : 20.12.2006

A.3.b. Fiche FDES



SE Tylose GmbH & Co. KG

Fiche de données de sécurité

SE Tylose GmbH & Co. KG

conformément au règlement (CE) n° 1907/2006

Tylose MHS 15000 P6

Date d'impression: 02.09.2011

Code du produit: CHEM_00040

Page 1 de 6

SECTION 1: Identification de la substance/du mélange et de la société/l'entreprise

Identificateur de produit

Tylose MHS 15000 P6

Utilisations identifiées pertinentes de la substance ou du mélange et utilisations déconseillées

Utilisation de la substance/du mélange

Additif rhéologique
Moyen de peindre
Chimie du génie civil.
Utilisations spéciales

Renseignements concernant le fournisseur de la fiche de données de sécurité

Société:	SE Tylose GmbH & Co. KG	
Rue:	Rheingastr. 190 - 196	
Lieu:	D 65203 Wiesbaden	
Interlocuteur:	Product Safety	Téléphone: + 49 611 962 6309
e-mail:	product.safety@setylose.de	
Internet:	www.setylose.de	
Service responsable:	Customer Service / Sales +49 611 962 6325 reiner.posprich@setylose.de	

Responsable pour l'établissement de la fiche de données de sécurité:
sds@gbk-ingelheim.de
Numéro de téléphone d'appel d'urgence: GBK Gefahrgutbuero GmbH, Tel.
++49(0)6132-98 29 0 21

Information supplémentaire

REACH registration number:
Aucun numéro d'enregistrement disponible pour cette substance car la substance ou son utilisation
sont dispensées d'enregistrement selon l'article 2 du règlementation REACH (CE) n° 1907/2006.

SECTION 2: Identification des dangers

Classification de la substance ou du mélange

Le mélange poussière/air est explosif.

Éléments d'étiquetage

Conseils supplémentaires

Non soumis à étiquetage, mais il convient de prendre les précautions d'usage pour la manipulation des
produits chimiques

Autres dangers

Inconnus.

SECTION 3: Composition/informations sur les composants

Mélanges

Caractérisation chimique

No.-CAS 9032-42-2 Cellulose, 2-hydroxyethyl methyl ether

SECTION 4: Premiers secours

Description des premiers secours



SE Tylose GmbH & Co. KG

Fiche de données de sécurité

SE Tylose GmbH & Co. KG

conformément au règlement (CE) n° 1907/2006

Tylose MHS 15000 P6

Date d'impression: 02.09.2011

Code du produit: CHEM_00040

Page 2 de 6

Après inhalation

Eloigner immédiatement les personnes contaminées par le produit et les transporter à l'air frais.
Consulter un médecin.

Après contact avec les yeux

Bien rincer à l'eau abondante, y compris sous les paupières.
Si l'irritation oculaire persiste, consulter un médecin spécialiste.

Après ingestion

Rincer la bouche. Si les troubles se prolongent, consulter un médecin.

Principaux symptômes et effets, aigus et différés

Inconnus

Indication des éventuels soins médicaux immédiats et traitements particuliers nécessaires

Traitement symptomatique.

SECTION 5: Mesures de lutte contre l'incendie**Moyens d'extinction****Moyen d'extinction approprié**

Sable, Mousse résistant aux alcools, poudre chimique, gaz carbonique (CO₂), eau pulvérisée.

Moyen d'extinction à ne pas utiliser pour des raisons de sécurité

Inconnus

Dangers particuliers résultant de la substance ou du mélange

Monoxyde et dioxyde de carbone.

Conseils aux pompiers

En cas d'incendie, porter un appareil respiratoire autonome.

SECTION 6: Mesures à prendre en cas de dispersion accidentelle**Précautions individuelles, équipement de protection et procédures d'urgence**

Eviter la formation de poussières. Ne pas respirer les poussières. Formation de dépôts glissants en présence d'eau.

Les précautions pour la protection de l'environnement

Empêcher l'écoulement de quantités importantes dans les égouts.

Méthodes et matériel de confinement et de nettoyage

Ramasser mécaniquement, tout en évitant les poussières, et procurer l'élimination dans des récipients appropriés.
Informations concernant l'élimination : voir chapitre 13.

Référence à d'autres sections

Observer les prescriptions préventives (voir paragraphes 7 et 8).
Informations concernant l'élimination : voir chapitre 13.

SECTION 7: Manipulation et stockage**Précautions à prendre pour une manipulation sans danger****Consignes pour une manipulation sans danger**

Prévoir une ventilation et une évacuation appropriées au niveau des équipements et des endroits où la poussière peut se former.
Eviter la formation de poussières.
Recueillir régulièrement les poussières dont la formation ne peut être exclue.

Préventions des incendies et explosion

Le mélange poussière/air est explosif.
Conserver à l'écart de toute source d'ignition - Ne pas fumer.

Conditions nécessaires pour assurer la sécurité du stockage, tenant compte d'éventuelles incompatibilités



SE Tylose GmbH & Co. KG

Fiche de données de sécurité

SE Tylose GmbH & Co. KG

conformément au règlement (CE) n° 1907/2006

Tylose MHS 15000 P6

Date d'impression: 02.09.2011

Code du produit: CHEM_00040

Page 3 de 6

Information supplémentaire sur les conditions de stockage

Pas de conditions spéciales de stockage requises.

Utilisation(s) finale(s) particulière(s)

Additif rhéologique
Moyen de peindre
Chimie du génie civil.
Utilisations spéciales

SECTION 8: Contrôles de l'exposition/protection individuelle**Paramètres de contrôle****Contrôles de l'exposition****Contrôle de l'exposition professionnelle**

Prévoir une ventilation et une évacuation appropriées au niveau des équipements et des endroits où la poussière peut se former.

Mesures d'hygiène

Se laver les mains avant les pauses et à la fin de la journée.
Lors de l'utilisation, ne pas manger, boire ou fumer.
Eviter d'inhalier la poussière.

Protection respiratoire

En cas de ventilation insuffisante, porter un appareil respiratoire approprié.
En cas de brève exposition, appareil filtrant, filtre P1

Protection des mains

Le port de gants de protection n'est habituellement pas requis si utilisé dans les conditions prévues par le fabricant. Sinon, assurer que le matériau des gants de protection résiste au produit/à la substance ou la préparation et que leur étanchéité soit assurée.

Protection des yeux

La protection pour les yeux n'est habituellement pas requise si utilisé dans les conditions prévues par le fabricant. Sinon port de lunettes assurant une protection complète des yeux avec protection latérale.

SECTION 9: Propriétés physiques et chimiques**Informations sur les propriétés physiques et chimiques essentielles**

L'état physique:	Poudre.
Couleur:	blanchâtre
Odeur:	Caractéristique

pH-Valeur (à 20 °C):

Testé selon la méthode
6 - 8

Modification d'état

Point/intervalle de fusion:

n.a.

Point d'ébullition:

n.a.

Point d'éclair:

n.a.

Dangers d'explosion

Le produit ne constitue aucun risque d'explosion, toutefois il est possible que des mélanges explosifs poussière/air soient formés.

Limite inférieure d'explosivité:

30 g/m³

Limite supérieure d'explosivité:

Température d'inflammation:

> 400 °C



SE Tylose GmbH & Co. KG

Fiche de données de sécurité

SE Tylose GmbH & Co. KG

conformément au règlement (CE) n° 1907/2006

Tylose MHS 15000 P6

Date d'impression: 02.09.2011

Code du produit: CHEM_00040

Page 4 de 6

Température d'auto-inflammabilité

solide: > 170 °C

Densité (à 20 °C): 1,1-1,5 g/cm³

Hydrosolubilité:
(à 20 °C) > 10 g/L

Coefficient de partage: log POW < 0

Autres données

Densité apparente 200 - 600 g/l

Classe de feux: 5

TAI en couche: > 450 °C

pmax: 10 bar

KSt: < 300 bar*m/s

Classe d'explosion de poussières: ST2

EMI : Energie Minimale d'Inflammation > 10 mJ

SECTION 10: Stabilité et réactivité**Réactivité**

aucune réactivité inhabituelle n'est connue

Stabilité chimique

Stable dans des conditions normales.

Possibilité de réactions dangereuses

Pas de réaction dangereuse connue.

Conditions à éviter

Pas de décomposition si le produit est entreposé et utilisé selon les prescriptions.

Matières incompatibles

Des oxydants puissants.

Produits de décomposition dangereux

Inconnus

SECTION 11: Informations toxicologiques**Informations sur les effets toxicologiques****Toxicité aiguë**

DL50/orale/rat: > 2 000 mg/kg

Irritation et corrosivité

Inconnue

Effets sensibilisants

Inconnue

Information supplémentaire

Marquage distinctif conforme à la procédure de calcul spécifiée dans la Directive CE 1999/45/CE.

D'après l'expérience acquise dans diverses compagnies, aucun effet néfaste à la santé n'est connu dans des conditions normales d'hygiène au milieu de travail.

SECTION 12: Informations écologiques**Toxicité**

CE 50 Bactéries > 1000 mg/l (OCDE 209)

CL 50/96h Poisson > 500 mg/l (Danio) (OCDE 203)

CE 50 48h: > 100 mg/l (Daphnie)

CE 50 72h: > 100 mg/l (Scenedesmus subspicatus)



Fiche de données de sécurité

SE Tylose GmbH & CO. KG

SE Tylose GmbH & Co. KG

conformément au règlement (CE) n° 1907/2006

Tylose MHS 15000 P6

Date d'impression: 02.09.2011

Code du produit: CHEM_00040

Page 5 de 6

DCO < 1500 mg/g

Persistance et dégradabilité

Le produit est biodégradable.

En cas d'introduction de faibles concentrations dans des stations d'épuration biologiques adaptées, altération de l'activité de dégradation des boues activées non probable.

Potentiel de bioaccumulation

Aucun indice de potentiel bioaccumulatif.

Mobilité dans le sol

Donnée non disponible.

Résultats des évaluations PBT et vPvB

Conformément au règlement (CE) n° 1907/2006 (REACH), ce produit ne contient aucune substance PBT / vPvB.

Effets nocifs divers

Inconnus

Information supplémentaire

Ne pas laisser le produit, non dilué ou en grande quantité, pénétrer la nappe phréatique, les eaux ou les canalisations
Pollue faiblement l'eau.

SECTION 13: Considérations relatives à l'élimination

Méthodes de traitement des déchets

Élimination

Si possible, le recyclage est préférable à l'élimination ou l'incinération.

Peut être incinéré avec les ordures ménagères à condition d'observer les réglementations et après accord des exploitants et des autorités compétentes.

Etant donné que seulement les conditions d'utilisation chez l'utilisateur permettent d'attribuer un code spécifique de déchets, il n'est pas possible de spécifier un code de déchets pour ce produit de départ en conformité avec le répertoire Européen de déchets. Le code spécifique de déchets doit être déterminé en accord avec l'entreprise de traitement de déchets en charge / le fabricant / les autorités compétentes. Le produit peut être transporté avec des ordures ménagères sur une décharge ou dans une installation d'incinération, compte tenu des règlements administratifs en vigueur.

Code d'élimination des déchets-Produit

160306 DÉCHETS NON DÉCRITS AILLEURS DANS LA LISTE; loupés de fabrication et produits non utilisés; déchets d'origine organique autres que ceux visés à la rubrique 16 03 05

L'élimination des emballages contaminés

L'eau

Après utilisation, vider de façon optimale les emballages contaminés et les remettre à une entreprise de recyclage.

SECTION 14: Informations relatives au transport

Transport terrestre (ADR/RID)

Autres informations utiles (Transport terrestre)

Matière non dangereuse au sens de la législation sur les transports.

Transport fluvial

Autres informations utiles (Transport fluvial)

Matière non dangereuse au sens de la législation sur les transports.

Transport maritime

Autres informations utiles (Transport maritime)

Matière non dangereuse au sens de la législation sur les transports.



SE Tylose GmbH & Co. KG

Fiche de données de sécurité

SE Tylose GmbH & Co. KG

conformément au règlement (CE) n° 1907/2006

Tylose MHS 15000 P6

Date d'impression: 02.09.2011

Code du produit: CHEM_00040

Page 6 de 6

Transport aérien

Autres informations utiles (Transport aérien)

Matière non dangereuse au sens de la législation sur les transports.

Risques pour l'Environnement

Dangereux pour l'environnement: non

Précautions particulières à prendre par l'utilisateur

Pas de précautions spéciales.

Transport en vrac conformément à l'annexe II de la convention MARPOL 73/78 et au recueil IBC

Le transport est effectué seulement dans des récipients homologués et appropriés.

SECTION 15: Informations réglementaires

Réglementations/Législation particulières à la substance ou au mélange en matière de sécurité, de santé et d'environnement

Prescriptions nationales

Classe de contamination de l'eau (D): 1 - pollue faiblement l'eau

Information supplémentaire

La substance, voir tous les composants sont saisis dans :

TSCA: répertorié sur la liste
 EINECS/ELINCS: répertorié sur la liste
 DSL: répertorié sur la liste
 AICS: répertorié sur la liste
 ENCS/MITI: répertorié sur la liste
 PICCS (PH): répertorié sur la liste
 KECI (KR): répertorié sur la liste
 HSNO répertorié sur la liste
 IECS répertorié sur la liste

SECTION 16: Autres informations

Modifications

chapitre: 2, 4, 7, 10, 12, 14, 15

Information supplémentaire

Les indications des points 4-8 et 10-12, ne s'appliquent pas lors de l'utilisation et de l'emploi régulier du produit (voir renseignement sur l'utilisation), mais lors de la libération de quantités majeures en cas d'accidents ou d'irrégularités.

Ces renseignements ne décrivent que les exigences de sécurité du produit/des produits et s'appuient sur l'état actuel de nos connaissances.

Veuillez s'il vous plaît prendre en compte les conditions de livraison de la/des feuille/s d'instructions correspondantes.

Ils ne représentent pas de garantie de propriété du produit/des produits décrit/s au sens des règlements de garantie légaux.

(n.a. = non applicable; n.d. = non déterminé)

(Toutes les données concernant les composants dangereux ont été obtenues, respectivement, dans la dernière version de la fiche technique de sécurité du sous-traitant.)

A.4. HUILE DE LIN CUITE

L'huile de lin utilisée dans ce travail a été fournie par Rutolan. Il s'agit d'une huile de lin cuite permettant une oxydation accélérée.

Fournisseur :

RUTOLAN France

Champ Redon

46700 Duravel - France

Technical Data:

☒	Density:	0,927 - 0,950 , 20°C	
☒	Viscosité:	0,6 - 0,9 P / 25°C	
☒	Gardner color:	Liquid, max. 13	
☒	Refraction index:	1.480 - 1.484 nD 20	
☒	Acidity:	max. 5 Mg KOH/g	
☒	Iodic coef. min.	170	
☒	Saponification:	185 - 215	
☒	Content of insaponification	max. 1.50%	
☒	Drying	time: 12-18	heures

ANNEXE B. METHODES DE CARACTERISATION

B.1. ESTIMATION DES POROSITES DES AGROBETONS

B.1.a. Tableau récapitulatif des porosités et masses volumiques caractéristiques

Tableau I. 13. Nomenclature* utilisée pour décrire les masses volumiques et porosités des composants des Agrobétons dans ce document.

composants des Agrobétons dans ce document				
Caractéristique	Echelle considérée	Symbole	Relation	Unité
MATIERE DENSE				
Masse volumique solide	ρ_{S-X}	Matière lignocellulosique	ρ_{S-P}	[kg.m ⁻³]
		Matière minérale	ρ_{S-L}	
PARTICULE VEGETALE ISOLEE, POUDRE MINERALE OU LIANT SOLIDIFIE				
Masse volumique réelle sèche du constituant	ρ_{R0-X}	Particule végétale /poudre minérale	ρ_{R0-P}	[kg.m ⁻³]
		Liant solide	ρ_{R0-L}	
Porosité du constituant	n_{TOT-X}	Intra-particule/ intra-poudres	n_{TOT-P}	[m ³ .m ⁻³]
		Intra-liant	n_{TOT-L}	
$n_{TOT-P} = 1 - \rho_{R0-P} / \rho_{S-P}$				
$n_{TOT-L} = 1 - \rho_{R0-L} / \rho_{S-L}$				
EMPILEMENT GRANULAIRE				
Masse volumique apparente sèche ou vrac	ρ_{A0-X}	Granulats en vrac	ρ_{A0-G}	[kg.m ⁻³]
		Liant vrac	ρ_{A0-L}	
Porosité entre granulats	n_{IE-X}	Inter-granulats	n_{IE-G}	[m ³ .m ⁻³]
		Inter-poudres	n_{IE-P}	
Porosité des granulats	n_{IA-X}	Intra-granulats	n_{IA-G}	[m ³ .m ⁻³]
		Intra-poudres	n_{IA-P}	
$n_{IA-G} = n_{TOT-P} \cdot \rho_{A0-G} / \rho_{R0-P}$				
$n_{IA-P} = n_{TOT-P} \cdot \rho_{A0-L} / \rho_{R0-L}$				
COMPOSITE LIANT/PARTICULES (AGROBETON)				
Masse volumique apparente fraîche de l'agrobéton		Composite	ρ_{AF-B}	[kg.m ⁻³]
Masse volumique apparente sèche de l'agrobéton		Composite	ρ_{A0-B}	[kg.m ⁻³]
Dosage des composants du mélange frais	ρ_{m-X}	Liant	ρ_{M-L}	[kg.m ⁻³]
		Granulat	ρ_{M-G}	
		Eau	ρ_{M-E}	
Porosités de l'agrobéton		Totale	n_{TOT-B}	[m ³ .m ⁻³]
		Intra-granulats	n_{IA-G}	
		Inter-granulats	n_{IE-G}	
		Intra-liant	n_{IA-L}	
$\rho_{m-X} = m_X / m_{MELANGE} \cdot \rho_{A0-B}$				
$n_{IA-G} = \rho_{M-G} / \rho_{R0-P} \cdot n_{TOT-I}$				
$n_{TOT-B} = n_{IA-G} + n_{IA-L}$				
$n_{IA-L} = \rho_{M-L} / \rho_{R0-L} \cdot n_{TOT-L}$				

* La nomenclature utilisée pour décrire les masses volumiques est basée sur la norme EN 1097-3 [AFN 98].

B.1.b. Détermination de la porosité totale à l'état sec

La détermination de la porosité totale de l'agrobéton nécessite le calcul ou la mesure préalable des grandeurs suivantes :

- ℳ Masses volumiques des constituants dans le mélange : ρ_{M-L} , ρ_{M-G} et ρ_{M-E} ;
- ℳ Masses volumiques absolues des constituants : ρ_{S-P} , ρ_{S-L} et ρ_{EAU} ;
- ℳ Masses volumiques apparentes fraîche et sèche de l'agrobéton : ρ_{AF-B} , ρ_{A0-B} ;

Dans un premier temps, il est possible de calculer la masse volumique absolue équivalente de l'agrobéton à l'état sec ρ_{S-EQ} . Celle-ci prend en compte les poudres, les granulats, l'eau contenue dans les granulats avant le mélange ($W \approx 9\%$, 50%HR) et l'eau liée lors de l'hydratation. On peut ainsi écrire :

$$\begin{aligned}\rho_{S-EQ} &= \frac{\rho_{M-G}}{\rho_{A0-B}} \cdot \frac{1}{1+W} \cdot \rho_{S-P} + \frac{\rho_{M-L}}{\rho_{A0-B}} \cdot \rho_{S-L} + \frac{\rho_{M-G}}{\rho_{A0-B}} \cdot \frac{W}{1+W} \cdot \rho_{EAU} + \frac{\rho_{M-E}}{\rho_{A0-B}} \cdot \left[1 - \frac{\rho_{AF-B} - \rho_{A0-B}}{\rho_{M-E}} \right] \cdot \rho_{EAU} \\ &= \frac{1}{\rho_{A0-B}} \left[\frac{\rho_{M-G} \cdot \rho_{S-P}}{1+W} + \rho_{M-L} \cdot \rho_{S-L} + \left[\rho_{M-G} \cdot \frac{W}{1+W} + \rho_{M-E} + \rho_{A0-B} - \rho_{AF-B} \right] \cdot \rho_{EAU} \right]\end{aligned}$$

La porosité totale n_{TOT-B} de l'agrobéton peut alors être calculée simplement grâce à la relation suivante :

$$n_{TOT} = \left[1 - \frac{\rho_{A0-B}}{\rho_{S-EQ}} \right] \cdot 100$$

B.2. PREPARATION DES SOLUTIONS POUR LA MESURE DU POTENTIEL ZETA

1. 24h avant les mesures

1.1. Préparation de l'eau de chaux saturée

☒ Peser 1g de chaux pour 500mL de solution afin d'atteindre la saturation (1,65g/L à 25 °C)

$$M_{\text{Ca(OH)}_2} = 74 \text{ g.mol}^{-1}$$

$$n_{\text{Ca(OH)}_2} = m/M = 1,65/74 = 2,23.10^{-3} \text{ mol}$$

☒ Agitation pendant 30 minutes

☒ Décantation à 3000 trs/min pendant 5 minutes

☒ Prélèvement et stockage de l'eau de chaux dans une fiole

2. 2H avant les mesures

2.1. Préparation des solutions de référence

Toutes les solutions sont dosées à 1g/L.

2.1.1. Solution de référence

☒ Prélever 250mL de lait de chaux

☒ Peser et ajouter: 200mg de Ponce du Cheix, 50mg de Ca(OH)_2 et 10mg de Na_2SO_4

☒ Passer la solution ainsi obtenue 10 minutes sous ultrasons

☒ Homogénéiser pendant 2H à l'aide d'un barreau métallique ou 5 minutes avec un mélangeur.

☒ Mesurer le Zeta potentiel de cette solution pour contrôler la reproductibilité d'une semaine sur l'autre

☒ Mesurer le pH

2.1.2. Solution d'adjuvant (à préparer en parallèle de la solution de référence)

Il faut faire attention à la solubilité du composé en milieu alcalin. Les éthers de cellulose sont par exemple limités à un pH <13.

☒ Prélever 50mL de lait de chaux

☒ Peser et ajouter 50mg de l'adjuvant

☒ Passer la solution ainsi obtenue 10 minutes sous ultrasons

☒ Homogénéiser pendant 2H à l'aide d'un barreau métallique ou 5 minutes avec un mélangeur.

2.1.3. Solution d'adjuvant

- ℞ Prélever 50mL de la solution de référence
- ℞ Prélever à l'aide d'une micropipette la quantité voulue de solution adjuvantée

Rapport massique Adjuvant/Liant %	Quantité à prélever mL	Rapport massique Adjuvant/Liant %	Quantité à prélever mL	Rapport massique Adjuvant/Liant %	Quantité à prélever mL
0,1	0,05	0,5	0,25	0,9	0,45
0,2	0,1	0,6	0,3	1	0,5
0,3	0,15	0,7	0,35	1,1	0,55
0,4	0,2	0,8	0,4	1,2	0,6

- ℞ Passer la solution ainsi obtenue 10 minutes sous ultrasons
- ℞ Homogénéiser pendant 30 minutes à l'aide d'un barreau métallique ou 5 minutes avec un mélangeur.
- ℞ Manip potentiel Zeta et/ou spectro UV

B.3. PROTOCOLE DE TRAITEMENT D'IMAGES POUR L'ANALYSE GRANULOMETRIQUE

Le protocole détaillé est le suivant :

- ✎ Echantillonnage et prise de vue :
 - ✎ Prélèvement d'un échantillon représentatif du granulat (environ 1000 particules). En fonction de la finesse du granulat, cela correspond à 1 à 4g. Pour s'assurer de la représentativité de l'échantillon, on part d'une masse 32 fois supérieure à l'échantillon final, se qui correspond à 5 quartages successifs ;
 - ✎ Répartition sur une feuille A3, de couleur opposée à celle des granulats. Les particules ne doivent pas se chevaucher ;
 - ✎ Photographie de la feuille avec une résolution de 9 millions de pixels, sans zoom ni flash.
- ✎ Traitement de l'image :
 - ✎ Importation de l'image dans le logiciel image J ;
 - ✎ Transformation de l'image RGB en niveaux de gris ;
 - ✎ Binarisation de l'image. Le seuillage est effectué manuellement, l'utilisateur devant trouver celui qui reflète le mieux l'aire occupée par les particules.
- ✎ Calcul des caractéristiques de particules :
 - ✎ Calibration de la taille de l'image à partir des dimensions de la feuille photographiée ;
 - ✎ Sélection des paramètres à évaluer : diamètre de Feret, aire, axe majeur, axe mineur...;
 - ✎ Détection des particules à partir de l'image binarisée ;
 - ✎ Calcul des paramètres et enregistrement des résultats.
- ✎ Analyse statistique des résultats :
 - ✎ Tracé des fonctions de répartition et/ou des courbes cumulées en aire pour les différents paramètres géométriques et morphologiques ;
 - ✎ Analyse des lois statistiques régissant la répartition.

B.4. RECAPITULATIF DES PICS CARACTERISITQUES EN DIFFRACTION DES RAYONS X

Distance inter-réticulaire d [Å]	Angle d'observation 2θ [°]	Type de produit	Indices de Miller	Intensité
9,67	9,14	Ettringite	[2 0 0]	100
6,48	13,65	Sanidine	[1 1 0]	20
5,6	15,8	Ettringite	[2 2 0]	90
4,98	17,8	Ettringite	[2 2 2]	30
4,92	18	Cellulose amorphe	[1 1 0]	
4,92	18	Ca(OH) ₂	[0 0 1]	72
4,68	19	Ettringite	[2 0 4]	40
4,24	20,9	Quartz	[1 0 0]	21
4,12	21,6	Sanidine	[-2 0 1]	25
3,91	22,7	Cellulose cristalline	[0 0 2]	
3,88	22,9	Ettringite	[5 0 0]	60
3,74	23,7	Sanidine	[1 3 0]	35
3,34	26,7	Quartz	[1 0 1]	100
3,24	27,5	Sanidine	[-2 0 2]	100
3,21	27,8	Sanidine	[0 0 2]	40
3,2	27,9	CSH		100
3,11	28,7	Ca(OH) ₂	[1 0 0]	27
3,03	29,4	CaCO ₃		
2,78	32,2	CaCO ₃		
2,76	32,4	Ettringite	[5 3 0]	50
2,62	34,1	Ca(OH) ₂	[1 0 1]	100
2,56	35	Ettringite	[7 1 0]	60
2,47	36,3	CaCO ₃		
2,29	39,3	CaCO ₃		
2,2	40,9	Ettringite	[6 4 1]	60
2,16	41,8	Sanidine	[0 6 0]	20
1,92	47,1	Ca(OH) ₂	[1 0 2]	30
1,87	48,8	CaCO ₃		
1,81	50,2	Quartz	[1 1 -2]	11
1,8	50,8	Ca(OH) ₂	[1 1 0]	31
1,69	54,4	Ca(OH) ₂	[1 1 1]	14

B.5. RECAPITULATIF DES PICS ET BANDES

CARACTERISTIQUES EN IRTF

Nombre d'onde [cm ⁻¹]	Liaison	Vibration	Produit(s) associé(s)	Source
3640	-OH	v	Ca(OH) ₂ (groupe hydroxyde libre)	[MOL 00, WIK 08]
3600-3000	O-H	v ₁ + v ₃	Polysaccharides (groupes hydroxydes)	[TSE 05, SED 07-1, LET 09]
2920	C-H	v ₃	Cires, huiles (acides gras estérifiés)	[CHA 98, TSE 05]
2850	(CH ₂)	v ₁		[VER 03, LET 09]
1770-1665	C=O	v ₁	Pectines (acide carboxylique), hémicelluloses (groupes acétyle), huile de lin (esters insaturés)	[CHA 98, VER 03, SED 07-2, SHA 07, LET 09]
1670-1600	H-O-H	v ₂	Eau absorbée (cellulose cristalline), Pectines (groupes carboxylate)	[CHA 98, TSE 05, LET 09]
1505	C=C	v ₁	Lignines	[TSE 05, LET 09]
1414	CO ₃ ²⁻	v ₃	Carbonates	[MOL 00, SIL 05, WIK 08]
1160	C-O	v ₃	Cellulose, hémicelluloses	[TSE 05, SED 07-1]
1044	C-O	v ₁	Cellulose, hémicelluloses	[DOR 01, TSE 05]
975	SiO ₄ ⁴⁻	v ₃	CSH	[PAY 03, WIK 08]
875	CO ₃ ²⁻	v ₂	Carbonates (Calcite)	[SIL 05, WIK 08]

v₁: étirement symétrique, v₂: flexion symétrique, v₃: étirement asymétrique, v₄: flexion asymétrique

B.6. RECAPITULATIF DES PICS CARACTERISTIQUES EN ATG

Composant	Température de décomposition	Type de décomposition	Vitesse et atmosphère de l'essai	Source
CSH (riche en chaud)	90	Déshydroxylation	10°C.min ⁻¹ , 40ml.min ⁻¹ d'azote	[UBB 98]
CSH (moins basique)	125		10°C.min ⁻¹ , 40ml.min ⁻¹ d'azote	[UBB 98]
CSH et Ettringite	100-180		10°C.min ⁻¹ , 75ml.min ⁻¹ d'azote	[PAY 03]
CSH	140			[SCH 68, PAY 03]
Ettringite	130			[SCH 68, SER 80]
CAH et CASH	180-240		10°C.min ⁻¹ , 75ml.min ⁻¹ d'azote	[PAY 03]
C ₂ AH ₈	180			[SER 80]
C ₄ AH ₁₃	270			[SER 80, UBB 98]
Ca(OH) ₂	470		10°C.min ⁻¹ , 40ml.min ⁻¹ d'azote	[UBB 98]
Ca(OH) ₂	450-500		10°C.min ⁻¹ , 75ml.min ⁻¹ d'azote	[THI 05]
Ca(OH) ₂	400-600	Combustion		[MOU 03]
Bois	200-380			
Hémicelluloses	250-300		5°C.min ⁻¹ , 2L.h ⁻¹ d'Argon	[CAR 11]
Cellulose	300-350			
Huile de lin	250-400	Oxydation	10°C.min ⁻¹	[LAZ 99]
	400-550	Combustion		
CaCO ₃ Mode I	780-990	Décarbonatation	10°C.min ⁻¹ , Atmosphère reconstituée (80% Azote, 20% Oxygène)	[THI 05]
CaCO ₃ Mode II	680-780			
CaCO ₃ mode III	550-680			